



**VYSOKÉ UČENÍ TECHNICKÉ V BRNĚ**

BRNO UNIVERSITY OF TECHNOLOGY

**FAKULTA STROJNÍHO INŽENÝRSTVÍ**

FACULTY OF MECHANICAL ENGINEERING

**ÚSTAV MATERIÁLOVÝCH VĚD A INŽENÝRSTVÍ**

INSTITUTE OF MATERIALS SCIENCE AND ENGINEERING

**DEPOZICE A ANALÝZA ALCRN POVLAKŮ**

DEPOSITION AND ANALYSIS OF ALCRN COATINGS

**BAKALÁŘSKÁ PRÁCE**

BACHELOR'S THESIS

**AUTOR PRÁCE**

AUTHOR

**Kateřina Drásalová**

**VEDOUCÍ PRÁCE**

SUPERVISOR

**Ing. Lenka Klakurková, Ph.D.**

**BRNO 2021**

# Zadaní bakalářské práce

Ústav: Ústav materiálových věd a inženýrství  
Studentka: **Kateřina Drásalová**  
Studijní program: Aplikované vědy v inženýrství  
Studijní obor: Materiálové inženýrství  
Vedoucí práce: **Ing. Lenka Klakurková, Ph.D.**  
Akademický rok: 2020/21

Ředitel ústavu Vám v souladu se zákonem č.111/1998 o vysokých školách a se Studijním a zkušebním řádem VUT v Brně určuje následující téma bakalářské práce:

## Depozice a analýza AlCrN povlaků

### Stručná charakteristika problematiky úkolu:

Využití povlaků na bázi AlCrN patří v současné době mezi velmi oblíbené metody zejména pro zlepšování životnosti a produktivity obráběcích nástrojů. Mezi základní možné způsoby výroby patří metoda nízkonapěťového vakuového oblouku a magnetronového naprašování.

Kvalita povlaků se významným způsobem mění v závislosti na použité technologii výroby povlaku a nastavením dílčích technologických parametrů. Vlastnosti povlaku jsou experimentálně testovány nejčastěji pomocí adhezních testů, testů měření drsnosti, tloušťky povlaku a měření vnitřního napětí.

### Cíle bakalářské práce:

- Seznámení studenta se základními principy tvorby vysokoškolských kvalifikačních prací na odpovídající technické úrovni.
- Samostatné zmapování problematiky hodnocení kvality povlaků na bázi AlCrN, vytipování vhodných experimentálních technik a seznámení se s jejími základními principy a možnostmi.
- Na základě shromážděných dat provést kvalitativní i kvantitativní vyhodnocení dílčích parametrů vyrobených povlaků.

### Seznam doporučené literatury:

VETTER, J., W. BURGMEYER and A. J. PERRY. Arc-enhanced glow discharge in vacuum arc machines. Surface and Coatings Technology. 1993, 59(1-3), 152-155. DOI: 10.1016/0257-8972(93)90074-X. ISSN 02578972.

DEPLA, D. and S. MAHIEU, ed. Reactive Sputter Deposition. Berlin, Heidelberg: Springer Berlin Heidelberg, 2008. Springer Series in Materials Science. DOI: 10.1007/978-3-540-76664-3. ISBN 978-3-540-76662-9.

COTELL, C. M., J. A. SPRAGUE and F. A. SMIDT, ed. Stress Determination for Coatings. Surface Engineering. ASM International, 1994, 1994, s. 647-653. DOI: 10.31399/asm.hb.v05.a0001298. ISBN 978-1-62708-170-2.

ASM Handbook Volume 5: Surface engineering. Novelty, OK, USA: ASM International, 1994. ISBN 978-0-87170-384-2.

BINNIG, G., C. F. QUATE and Ch. GERBER. Atomic Force Microscope. Physical Review Letters. 1986, 56(9), 930-933. DOI: 10.1103/PhysRevLett.56.930. ISSN 0031-9007.

Termín odevzdání bakalářské práce je stanoven časovým plánem akademického roku 2020/21

V Brně, dne

L. S.

---

prof. Ing. Ivo Dlouhý, CSc.  
ředitel ústavu

---

doc. Ing. Jaroslav Katolický, Ph.D.  
děkan fakulty

## **Abstrakt**

Bakalářská práce je zaměřena na problematiku depozice a metody studia kvality povrchových povlaků na bázi AlCrN, připravovaných metodami (i) magnetronového naprašování (Magnetron sputtering), (ii) magnetronového naprašování kombinovaného s obloukovým výbojem zesíleným doutnavým výbojem (Magnetron sputtering with arc enhanced glow discharge) a (iii) vysokovýkonného magnetronového naprašování s pohyblivým magnetickým polem (High power magnetron sputtering with movable magnetic field). Pozornost je věnována zejména charakterizaci vlastností připravených povlaků v závislosti na použité metodě (s různým stupněm ionizace). Pro posouzení kvality povrchových povlaků jsou využity testy adhezních a kohezních parametrů, hodnocení drsnosti pomocí AFM (Atomic force Microscopy), měření tloušťky povlaku pomocí kalotestu, měření vnitřního napětí metodou Bent-strip a instrumentovaná zkouška stanovení tvrdosti.

## **Klíčová slova**

PVD; Magnetron sputtering; AlCrN; kohezní testy; adhezní testy; AFM; kalotest; vnitřní napětí dle Bent-strip; plastická tvrdost

## **Abstract**

The topic of this thesis is the deposition process and methods of quality assessment of AlCrN surface coatings produced by methods of (i) magnetron sputtering, (ii) magnetron sputtering with arc enhanced glow discharge, and (iii) high power magnetron sputtering with the movable magnetic field. The main focus is placed on categorizing properties of the produced coatings based on the production method (which vary in the ionization level). Qualities of the surface coatings are assessed by adhesion and cohesion parameters testing of coarseness using AFM (Atomic Force Microscopy), depth measuring using a calotest, measuring internal tension using the Bent Strip Method and Instrumented indentation test for hardness.

## **Key words**

PVD; Magnetron sputtering; AlCrN; Cohesion Tests; Adhesion Tests; AFM; Calotest; Internal Voltage According to Bent-strip; Plastic Hardness

### **Bibliografická citace**

DRÁSALOVÁ, Kateřina. *Depozice a analýza AlCrN povlaků* [online]. Brno, 2021 [cit. 2021-05-20]. Dostupné z: <https://www.vutbr.cz/studenti/zav-prace/detail/132492>.  
Bakalářská práce. Vysoké učení technické v Brně, Fakulta strojního inženýrství, Ústav materiálových věd a inženýrství. Vedoucí práce Lenka Klakurková.

### **Čestné prohlášení**

Tímto prohlašuji, že jsem bakalářskou práci na téma “Depozice a analýza AlCrN povlaků” vypracovala samostatně pod vedením vedoucí bakalářské práce, vedoucího experimentu a na základě odborné literatury a zdrojů uvedených v seznamu použité literatury.

V Brně dne 21.05.2021

Podpis:

\_\_\_\_\_

Kateřina Drásalová

## **Poděkování**

Tímto bych ráda poděkovala vedoucí mé bakalářské práce paní Ing. Lence Klakurkové, Ph.D. za trpělivost a cenné připomínky a rady při vypracování této závěrečné práce, vedoucímu experimentu panu Mgr. Mojmíru Jílkovi za odborné vedení, ochotu a možnost provést experimentální část této práce ve společnosti PLATIT a.s., a v neposlední řadě Lucii Příbylové za pomoc při korekci textu.

# Obsah

Úvod .....	10
1 Teoretická část .....	11
1.1 Základní povlakovací metody .....	11
1.2 PVD – povlaky .....	12
1.2.1 Některé typy PVD povlaků a jejich aplikační využití .....	12
1.2.2 AlCrN povlak .....	13
1.3 Depozice PVD povlaků .....	13
1.3.1 Depozice naprašováním .....	14
1.3.2 Magnetronové naprašování .....	15
1.3.3 Vysokovýkonné magnetronové naprašování s pohyblivým magnetickým polem .....	16
1.3.4 Magnetronové naprašování kombinované s obloukovým výbojem zesíleným doutnavým výbojem .....	17
1.4 Charakterizace povlaků .....	18
1.4.1 Analýza struktury povlaku .....	18
1.4.2 Tloušťka .....	19
1.4.3 Drsnost povrchu .....	19
1.4.4 Adheze a koheze .....	21
1.4.5 Vnitřní napětí .....	22
1.4.6 Tvrdost .....	23
1.4.7 Další možnosti analýzy .....	24
2 Praktická část .....	25
2.1 Návrh experimentu .....	25
2.2 Experimentální materiál .....	26
2.3 Experimentální technika .....	27
2.3.1 Technologie použité k depozici .....	27
2.3.2 Přístroje použité k analýze .....	27
2.4 Výsledky .....	30
2.4.1 Analýza struktury povlaku .....	30
2.4.2 Vyhodnocení rychlosti růstu povlaku .....	31
2.4.3 Vyhodnocení drsnosti povrchu povlaku .....	32
2.4.4 Vyhodnocení adheze a koheze povlaku .....	34
2.4.5 Vyhodnocení vnitřního napětí povlaku .....	37
2.4.6 Vyhodnocení plastické tvrdosti povlaku .....	38
3 Závěr .....	39



4	Literatura .....	40
5	Seznam symbolů a zkratk .....	44
6	Seznam obrázků .....	45
7	Seznam tabulek .....	47

# Úvod

Povrchové úpravy jsou jednou z nejčastěji využívaných možností k významnému zlepšení užitečných vlastností rozličných součástí či nástrojů.

Využití povrchových úprav je velmi oblíbené a rozšířené rovněž u obráběcích nástrojů, díky čemuž lze dosáhnout zvýšení jejich životnosti, produktivity, korozivzdornosti, tvrdosti, abrazivzdornosti, odolnosti proti opotřebení, tvarové stálosti atp.

Jednou z nejpoužívanějších technologií povlakování nástrojů je technologie PVD (Physical Vapor Deposition). Základní parametry a vlastnosti takto vyrobených povlaků lze cíleně ovlivňovat pomocí chemického složení a/nebo procesními parametry depozice. Tímto způsobem lze navrhovat a vyrábět povlaky se zcela optimalizovanými vybranými vlastnostmi přímo pro konkrétní aplikace. Mezi nejčastěji vyráběné povlaky s využitím PVD metod patří: DLC, TiN, TiCN, TiAlN, CrCN, CrN, ZrCN + různé další kombinace prvků skryté pod komerčními značkami CROSAL<sup>®</sup>- plus, UMATIC<sup>®</sup>, Duplex-VARIANTIC<sup>®</sup>-1000, EXTRAL<sup>®</sup> aj. [1]

Velkému zájmu se v poslední době těší i povlaky na bázi AlCrN (povlaky BALINI fy Oerlikon [2], Crosscut<sup>™</sup> fy Ionbond [3], aj.). U těchto povlaků byla jednoznačně prokázána vyšší životnost nástrojů ze slinutých karbidů než v případě použití povlaků TiAlN [4].

Jedním z předních českých (evropských) producentů povlaků na bázi AlCrN je i firma Plait a.s. Šumperk, která pro depozici povlaku především na nástroje určené pro frézování využívá metodu magnetronového naprašování.

Experimentální část práce je zaměřena na hodnocení základních parametrů povlaků AlCrN připravených třemi různými metodami ((i) magnetronovým naprašováním, (ii) magnetronovým naprašováním kombinovaným s obloukovým výbojem zesíleným doutnavým výbojem a (iii) vysokovýkonným magnetronovým naprašováním s pohyblivým magnetickým polem) a jejich vzájemné porovnání.

# 1 Teoretická část

## 1.1 Základní povlakovací metody

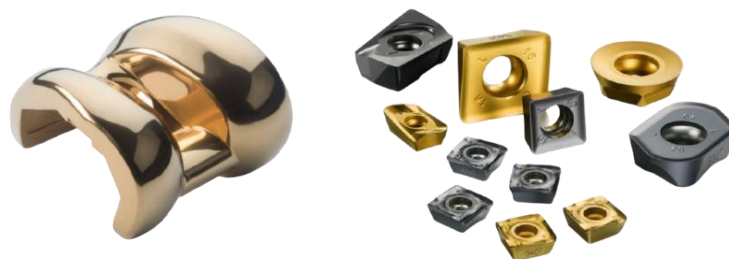
**CVD** (Chemical Vapour Deposition) pro vytvoření povlaku využívá plyn nazývaný prekurzor, který je zdrojem povlakovacího materiálu. Tento plyn reaguje v těsné blízkosti základového materiálu (substrátu). Produkt reakce se uchyťí na povrchu substrátu a vytvoří tak katalyzátor pro další reakci. Poté je do pracovní komory přiveden reaktivní plyn (např.  $N_2$  nebo  $CH_4$ ), pomocí kterého proběhne další reakce, která vytvoří požadovaný povlak. [5], [6]

- Výhody: jemné zrno, vysoká čistota, stejná tloušťka a celistvost povlaku po celém povrchu povlakovaného materiálu, dobrá adheze k substrátu
- Nevýhody: jako substrát lze použít jen materiály, které jsou ochotné reagovat, nelze povlakovat ostré hrany, energeticky náročné kvůli potřebě vyšších pracovních teplot, teplotní ovlivnění substrátu a nutnost následného tepelného zpracování, negativní dopad na životní prostředí kvůli produkci odpadních plynů s obsahem halogenidů [6], [7]

**PVD** (Physical Vapour Deposition) metoda neboli fyzikální depozice z plynné fáze je založena na principu nanášení povlaku z pevného materiálu (nazýván target). Dalším rozdílem oproti CVD je, že dominantní vliv zde mají fyzikální procesy. Zdrojový materiál je převeden do plynné fáze a následně kondenzuje na povrchu substrátu. Pro tento typ nanášení tenkých povlaků je potřeba velmi vysokého vakua, jehož tlak se pohybuje v rozmezí  $100\text{--}10^{-8}$  Pa v závislosti na zvolené technologii [8]. Teplota při depozici dosahuje přibližně  $150\text{--}500^\circ\text{C}$ , takže nedochází k tepelnému ovlivnění materiálu [9]. Díky tomu je povlakování konečnou operací a lze ho provádět na substráty z mnoha různých materiálů, jako je např. ocel, hliník, plasty nebo i textilie [10].

V závislosti na chemickém složení mohou povlaky zlepšovat vlastnosti součástí, jako je např. tvrdost, odolnost proti otěru, abrazi, erozi, korozi nebo vysokým teplotám. Nelze samozřejmě očekávat zlepšení např. u nekvalitních nebo zničených nástrojů.

Nástroje a součásti ošetřené PVD povlaky mají několikanásobně delší životnost než nepovlakované. Proto najdou využití nejen pro řezné nástroje, jako jsou vrtáky, nože nebo frézy, kde umožňují obrábět i houževnaté a tvrdé materiály, ale i např. ve zdravotnictví na kloubní náhrady nebo zubní protézy (obr. 1). Díky tomu, že tvoří barevně stálou ochranu, jsou čím dál častěji vyhledávány i pro dekorativní účely například ve šperkařství, výrobě sportovního nářadí a mnoha dalších. [11]



Obr. 1: Průmyslové využití PVD povlaků [41], [39]

- Výhody: velice čisté a vysoce účinné povlaky, možné povlakovat i velmi ostré hrany (s poloměrem zaoblení pod 20  $\mu\text{m}$ ) [7], tloušťka povlaku 1–5  $\mu\text{m}$  (nedochází ke změně rozměrů povlakované součásti), šetrné k životnímu prostředí [6]
- Nevýhody: složité vakuové systémy, potřeba při depozici pohybovat substráty, aby bylo zajištěno rovnoměrné ukládání povlaku [6]

Porovnání metody PVD a CVD uvádí tab. 1.

Tab. 1: Porovnání metody PVD a CVD – převzato a upraveno z [12]

	PVD		CVD
	NAPAŘOVÁNÍ	NAPRAŠOVÁNÍ	
Povlakovací teplota	<500 °C		700–1200 °C
Doba povlakování	5–12 h		delší než u PVD
Tloušťka povlaku	5 nm – 5 $\mu\text{m}$		5–13 $\mu\text{m}$
Pohyb substrátu během procesu	ANO		NE
Povlakování ostrých hran	ANO		NE
Ohřev substrátu (vnějším zdrojem)	ANO	zpravidla NE	ANO
Ovlivnění mechanických vlastností substrátu	malé		větší než u PVD
Energetická náročnost	nízká		vysoká
Zatížení životního prostředí	malé		vysoké

## 1.2 PVD – povlaky

### 1.2.1 Některé typy PVD povlaků a jejich aplikační využití

**TiN** (nitrid titanu) – standardní, doposud nejdéle používaný povlak. V porovnání s nepovlakovanými nástroji vykazuje až o 400 % vyšší trvanlivost ostří. Další výhodou TiN povlaku je dobrá elasticita a adheze. Má zlatou barvu, jeho mikrotvrdost se pohybuje v rozmezí 20–25 GPa. Lze ho použít téměř ve všech aplikacích a většina firem zabývajících se povlakováním má největší zkušenosti právě s tímto typem povlaku. [11], [13]

**TiAlN** (titan aluminium nitrid) – povlak s využitím pro vysokorychlostní obrábění, vhodný pro frézování tvrdých materiálů. Jeho zbarvení se může pohybovat od růžovofialové po černošedou, má dobrou odolnost proti oxidaci, nízkou tepelnou vodivost, vyznačuje se vysokou mikrotvrdostí 25–33 GPa, a to i za vyšších pracovních teplot. Vytváří povrchovou vrstvu  $\text{Al}_2\text{O}_3$ , která přispívá ke snížení tření a tím zlepšuje řezné vlastnosti povlaku. Na trhu stále zvyšuje svůj podíl, i přes vyšší výrobní náklady. [11], [13]

**AlTiN** (aluminium titan nitrid) – má značnou tepelnou stabilitu, vyšší tvrdost než TiAlN. Vyznačuje se velmi dobrou přilnavostí k základnímu materiálu. Používá se pro těžké operace obrábění a pro zpracování materiálů se sklonem k mazání. Mnohvrstevný povlak AlTiN se pak využívá k obrábění rychlořezných ocelí, termoplastů vyztužených vlákny, kompozitních materiálů nebo slitin mědi. [13], [14]

**TiCN** (titan carbo nitrid) – vykazuje vysokou mikrotvrdost 30–40 GPa a současně dobrou houževnatost. Díky nízkému koeficientu tření se používá pro vrtání vysoce pevných ocelí. Dosažení rovnoměrného nanesení je velmi problematické, a to i u vakuových zařízení řízených počítači. Kvůli tomu je postupně nahrazován v oblasti řezných nástrojů povlaky na bázi TiAlN a v oblasti tažných nástrojů zdokonaleným TiN povlakem. I nadále se však využívá pro dekorativní účely, kde je vyhledáván především pro svou hnědou až bronzovou barvu. [11], [13]

**ZrN** (zirkon nitrid) – vyznačuje se vysokou korozní odolností a odolností vůči adhezi neželezných kovů. Používá se pro obrábění plastů, mědi a hliníkových slitin s nižším obsahem křemíku. Je také oblíbený pro medicínské účely kvůli své biokompatibilitě a při dekorativním povlakování, protože jeho barva je téměř nerozeznatelná od zlata. [11], [13]

**DLC** (Diamond-Like Carbon) – uhlíkový povlak černé barvy. Má dobré tribologické vlastnosti, chemicky inertní povrch, vysokou tvrdost a současně vysokou pružnost. Používá se v automobilovém průmyslu na povlakování dílů a u tvářecích a stříhacích nástrojů pro zpracování hliníku snižuje roztírání a mazání materiálu. Naopak nevhodný je na nástroje obrábějící ocel. [11], [14]

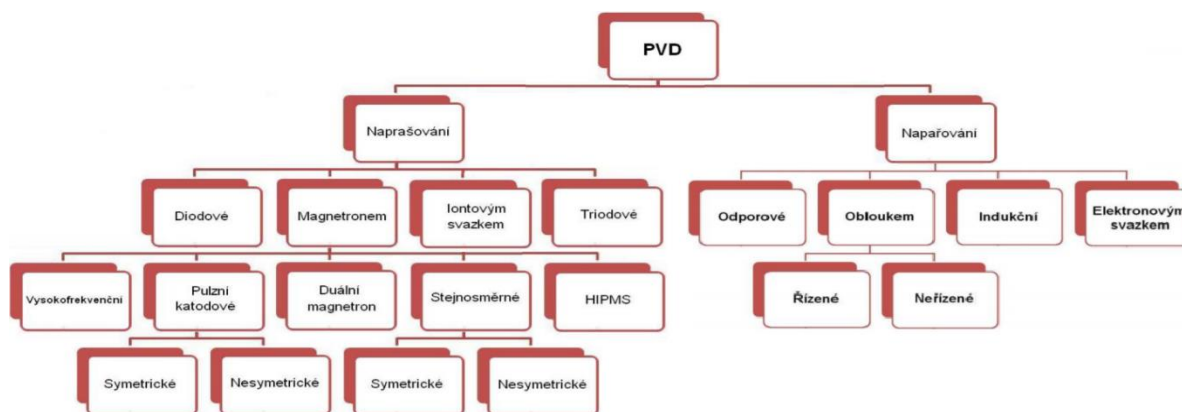
### 1.2.2 AlCrN povlak

AlCrN povlak má zvýšenou odolnost proti oxidaci a umožňuje dobrý odvod třísky a odstraňování nečistot z kontaktního rozhraní. Mezi jeho přednosti lze zařadit i velice dobré chování za vysokých teplot (vysoká tvrdost, odolnost proti opotřebení), což umožňuje obrábění při vysokých řezných rychlostech. Tepelným zpracováním dochází k rekrytalizaci a růstu zrna povlaku, což zvyšuje odolnost proti opotřebení. Díky těmto vlastnostem se nástroje s AlCrN povlakem lépe hodí pro řezné aplikace. [4]

## 1.3 Depozice PVD povlaků

Potahový materiál je přenášen ze zdroje na substrát jako jednotlivé atomy nebo molekuly. Proces probíhá za sníženého tlaku v atmosféře obsahující ionizující a reaktivní plyn (např. argon a dusík) a lze ho obecně rozdělit do následujících kroků [15]:

1. **Tvorba plynné fáze** – Zdrojový materiál může být přeměněn do plynného skupenství např. odprašováním nebo odpařováním. Tyto dva způsoby se dále dělí do několika podskupin (obr. 2) a jejich srovnání prezentuje tab. 2.



Obr. 2: Přehled technologií PVD – převzato a upraveno z [31]

Tab. 2: Porovnání PVD metod napařování a naprašování – převzato a upraveno z [16]

	<b>Napařování</b>	<b>Naprašování</b>
<b>Rychlost povlakování</b>	Tisíce atomových vrstev za sekundu	Jedna atomová vrstva za sekundu
<b>Přilnavost k substrátu</b>	Často špatná	Vynikající
<b>Čistota povlaku</b>	Dobrá	Možnost začlenění nečistot
<b>Povrch povlaku</b>	Obtížné kontrolovat	Ovlivněním tlaku a teploty substrátu
<b>Kontrola složení povlaku</b>	Malá nebo žádná	Možnost přísné kontroly
<b>Zahřívání substrátu</b>	Velmi malé	Při magnetronovém může být velké
<b>Zahřívání povlakujičího materiálu (terče)</b>	Velké	Malé
<b>Volba materiálu terče</b>	Omezená	Téměř neomezená
<b>Změny zdrojového materiálu</b>	Snadné	Nákladné
<b>Stínový efekt</b>	Velký	Malý
<b>Cena</b>	Nízké náklady	Nákladnější

- Přesun materiálu** – Emitované atomy jsou ze zdroje směrem k substrátu urychlovány záporným napětím. Pohybují se po přímce, takže aby bylo docíleno rovnoměrného ukládání po celém povrchu substrátu, jsou deponované součásti umístěny na držáky (obr. 3), které zajistí jejich trojosou rotaci po celou dobu procesu.
- Nanesení filmu** – Při setkání atomů plynné fáze s povrchem substrátu dochází kvůli rozdílným teplotám k jejich kondenzaci a vytvoření povlaku.



Obr. 3: Rotační držák na nástroje pro povlakování metodou PVD

### 1.3.1 Depozice naprašováním

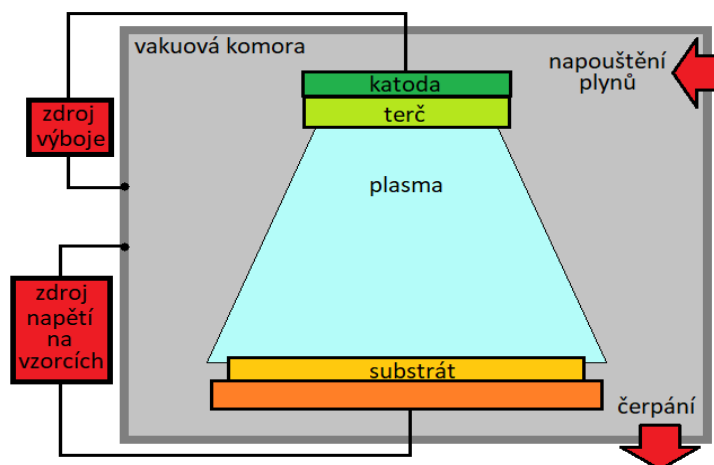
Naprašování probíhá za velmi sníženého tlaku (pod 2 Pa). Naprašovací zařízení se skládá z katody vyrobené ze zdrojového materiálu, odprašovacího a popřípadě reakčního plynu, rotačního držáku pro uchycení substrátu a vakuové komory, která funguje jako anoda. [6]

Pokud je napětí přiváděné na katodu dostatečně vysoké, vytvoří se mezi elektrodami plynový výboj (obr. 4). Termín plynový výboj označuje tok elektrického proudu plynným médiem. Aby mohl proud protékat, musí být některé atomy a molekuly plynu ionizovány. Před katodou je oblast, katodová zář, ve které dochází k většině ionizace např. emisí sekundárních elektronů z katodového terče. Když ionty a rychlé neutrály z plazmy bombardují zdrojový materiál,

uvolňují se nejen sekundární elektrony, ale také atomy. Obecně počet odprášených atomů závisí na energii, úhlu dopadu a hmotnosti přicházejícího iontu a typu odprašovaného materiálu. [16]



Obr. 4: Výboj v atmosféře tvořené argonem a dusíkem



Obr. 5: Schéma uspořádání zařízení při depozici naprašováním

Na obr. 5 je zobrazeno uspořádání zařízení při naprašování. Horní elektrodou je katoda, sloužící jako zdroj materiálu a terč pro iontové bombardování. Materiál je poté transportován nízkotlakým plynným prostředím a následně kondenzuje na povrchu substrátu, kde vytváří film.

Této metody je využíváno zejména pro nanášení povlaků z materiálů o vysoké teplotě tání. Nevýhodou však je relativně nízká rychlost nanášení, kontaminace terče reaktivními látkami, ohřev substrátu v důsledku dopadu zrychlených elektronů katodového terče a možnost použít jako rozprašovací terče pouze elektricky vodivé materiály. Pro zkvalitnění procesu se používají další zařízení a technologie jako je např. magnetické pole. [16]

### 1.3.2 Magnetronové naprašování

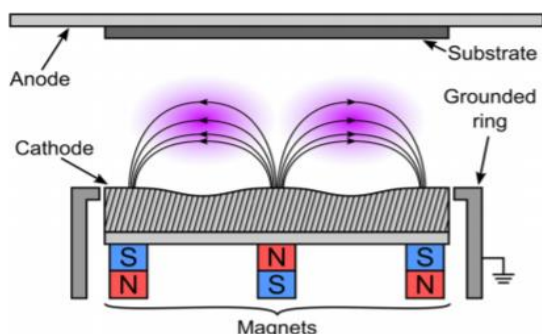
Metoda magnetronového naprašování, byla vyvinuta v 60. a 70. letech. V rovinné konfiguraci se uspořádání magnetronového naprašování liší od jednoduše naprašovacího pouze přidáním silných magnetů přímo za katodový terč. [16]

Magnetické pole magnetů zachycuje elektrony unikající z katody v tzv. tunelu siločar a prodlužuje jejich životnost. Každý elektron se tak může účastnit více srážek s pracovním plynem a tím zvyšovat ionizaci (vznikne hustší plazma). Ionty magnetickým polem ovlivňovány nejsou a dochází tak ke zvýšení intenzity odprašování. To ve svém důsledku zefektivňuje a urychluje celý proces. [17]

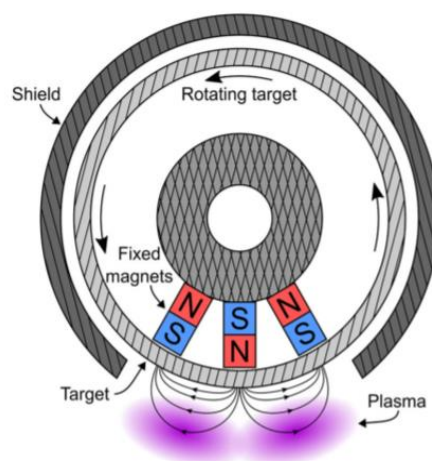
Podle tvaru rozlišujeme dva typy magnetronu, planární a válcový [16]. Schéma uspořádání planárního magnetronového naprašování je znázorněno na obr. 6. Katodovým terčem je buď kruhová nebo obdélníková deska. Sestava se skládá z vnějšího prstencového magnetu a vnitřního magnetu opačné polaroty. Jelikož elektrony tráví více času tam, kde je elektrické pole kolmé na magnetické pole, ideální geometrií by bylo mít magnetické pole rovnoběžné s povrchem katody. Ve skutečnosti však magnetické pole působí ve směru siločar, které vytvářejí oblouk nad oblastí označovanou jako oblast eroze. V tomto oblouku jsou ionizující elektrony a ionizovaný plyn uzavřeny a vytvářejí hustý zářivý výboj. Tuto oblast označujeme



jako ionizační oblast. Kvůli malé výtěžnosti zdrojového materiálu, která naprašování planárním magnetronem doprovází, byl navržen otočný válcový magnetron (obr. 7). Sestava magnetů je instalována uvnitř katodového terče, který se může během rozprašování otáčet. Tak je zdrojový materiál kontinuálně vystavován ionizační oblasti a může erodovat rovnoměrně po celém povrchu. V této konfiguraci je využití cíle až 90 %, čímž se jeho životnost podstatně zvyšuje. [16]



Obr. 6: Schéma planárního magnetronového naprašování (Anode – anoda, Cathode – katoda, Substrate – substrát, Grounded ring – uzemnění, Magnets – magnety) [16]

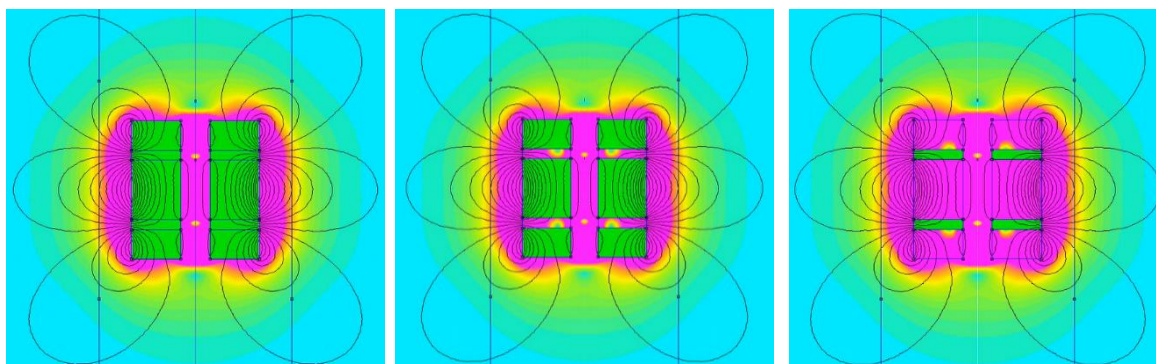


Obr. 7: Schéma katodového terče ve tvaru válce (Target – terč, Fixed magnets – nepohyblivé magnety, Rotating target – směr rotace terče, Plasma – plasma, Shield – krycí štít) [16]

Metoda magnetronového naprašování umožňuje povlakování i větší plochy a tvarově složitých součástí. Další výhodou je možnost odprašovat téměř jakýkoliv materiál a tvořit vícevrstevné gradientní povlaky. [16]

### 1.3.3 Vysokovýkonné magnetronové naprašování s pohyblivým magnetickým polem

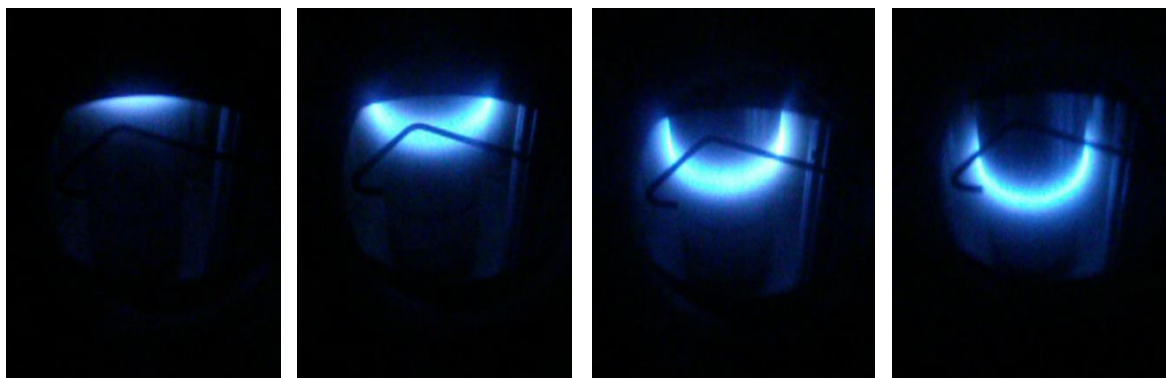
Standardní magnetronové naprašování umožňuje použít výkon maximálně  $0,1 - 0,3 \text{ kWcm}^{-2}$ , protože při vyšším výkonu by docházelo k přehřátí systému. Pohyb magnetického pole však umožňuje i ochlazování samotným pohybem a lze tak použít výkon až  $1 \text{ kWcm}^{-2}$ . Magnetron je sestaven ze tří kruhových magnetů proložených dvěma železnými kroužky (obr. 8).



Obr. 8: Řez válcovým magnetronem s vyobrazeným magnetickým polem; zeleně je zvýrazněn celý magnetron (vlevo), kruhové magnety (uprostřed), železné kroužky (vpravo) [42]



Magnetron se pohybuje uvnitř cylindrické katody nahoru a dolů (obr. 9) rychlostí asi  $300\text{--}1000\text{ mm}\cdot\text{s}^{-1}$  v závislosti na nastavení. Kromě ochlazování systému tak dochází i k rovnoměrnému využití celého povrchu katody.



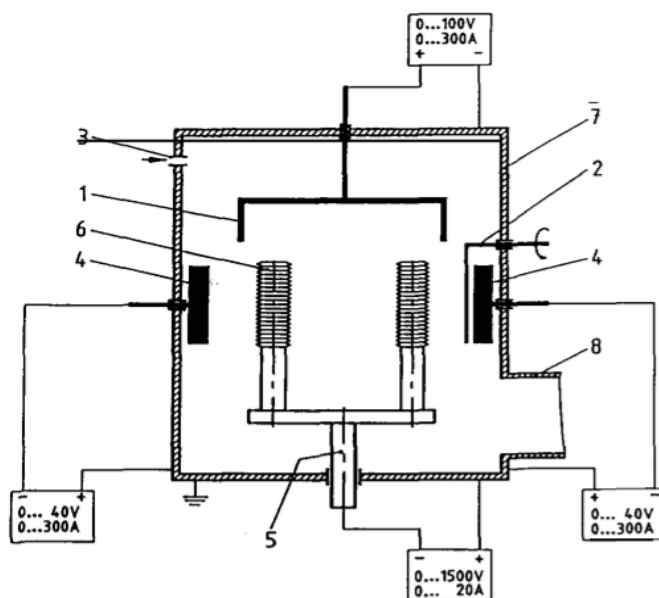
Obr. 9: Pohyb magnetického pole směrem dolů [42]

### 1.3.4 Magnetronové naprašování kombinované s obloukovým výbojem zesíleným doutnavým výbojem

Generování plazmy obloukovým výbojem zesíleným doutnavým výbojem neboli pomocí procesu AEGD (Arc-enhanced glow discharge) se používá v povlakovacích systémech PVD v kombinaci např. se zdrojem magnetronového naprašování. Vznikají tak hybridní systémy PVD. Fyzikální princip AEGD je založen na generování iontů plynu z nepružných srážek mezi elektrony získanými v oblouku a ionty plynu v plazmě. Takto vytvořená plynná plazma se primárně používá k iontovému čištění substrátů a nitridaci před samotným povlakováním. Tato metoda umožňuje výběr vhodného způsobu iontového bombardování v závislosti na požadavcích povlakovaných součástí. [16], [18]

Zařízení AEGD se skládá z vakuové komory, jejíž stěna působí jako kladná elektroda, samostatné anody s přídatným napájením, ze štítu před jednou z katod a samotných katod, které jsou udržovány na konstantním záporném napětí (obr. 10). [18]

Důležitou charakteristikou AEGD je homogenní leptání iontů v různých pozicích v komoře, kdy mohou nastat pouze jemné odlišnosti při různém natočení vzorků ke stěně komory, a schopnost pronikání leptání do mezer nebo štěrbinových geometrií. [18]



Obr. 10: Schéma konstrukce AEGD; 1 – samostatná anoda, 2 – uzavírací štít, 3 – přívod plynu, 4 – katody, 5 – držák substrátu, 6 – substráty, 7 – vakuová komora, 8 – systém pro tvorbu vysokého vakua. [18]

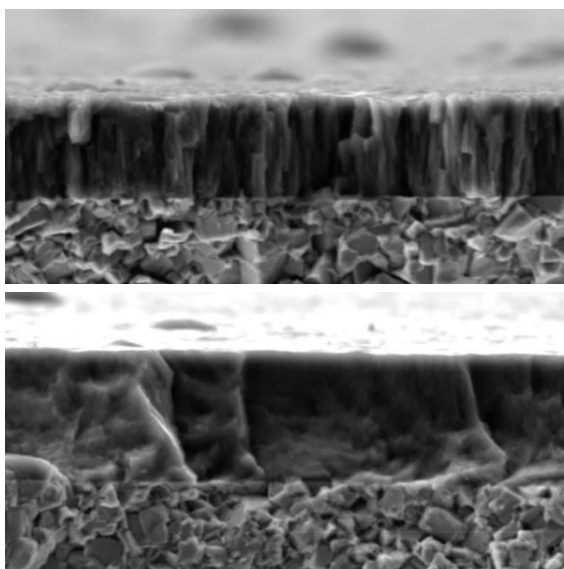
## 1.4 Charakterizace povlaků

Chemické i fyzikální vlastnosti PVD povlaků se liší v závislosti na chemickém složení povlaku a na použité technologii povlakování. Pro posouzení kvality a charakterizaci základních parametrů se nejčastěji využívají analýzy drsnosti povrchu, testy adhezních a kohezních parametrů, stanovení nanotvrdosti a specifikace vnitřního napětí. Nezbytným klasifikačním parametrem povlaku je i jeho tloušťka a mikrostrukturní skladba.

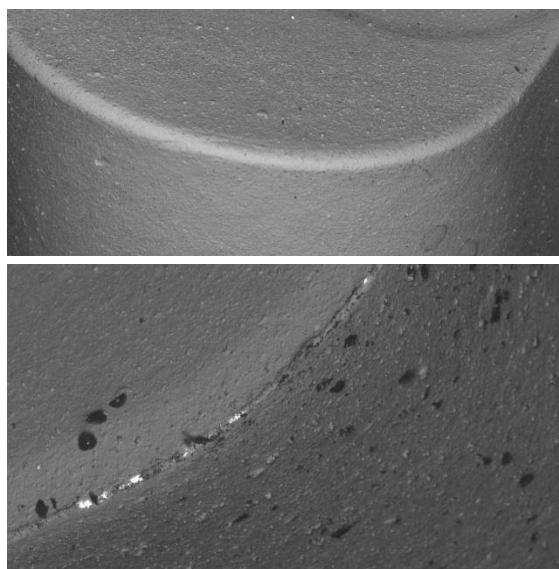
### 1.4.1 Analýza struktury povlaku

Rastrovací elektronový mikroskop (SEM – Scanning Electron Microscopy) pracuje na principu skenování povrchu vzorku jemně zaostřeným elektronovým paprskem za účelem vytvoření obrazu, s rozlišovací schopností lepší než 1 nm. Skládá se z elektronové optické kolony, vakuového systému, elektroniky a softwaru. Zdroj elektronů emituje elektrony, anoda je urychluje a zakřivuje jejich trajektorii a elektronová optika (elektro-magnetické čočky) směřuje elektrony na co nejmenší plochu vzorku. Interakcí elektronů s atomy vzorku jsou generovány různé typy signálů např. SE (sekundární elektrony), BSE (zpětně odražené elektrony), RTG (rentgenové záření), a další. Ty jsou zachyceny detektory a dále zpracovávány řídicím počítačem, který na jejich základě vykreslí obraz zkoumaného vzorku. V celém prostoru kolony musí být udržováno vakuum, aby interakce elektronů s jinými částicemi neměnily vlastnosti elektronového svazku nežádoucím způsobem. Velikost vzorku je omezena pouze velikostí komory. [19]

Zobrazování povrchu vzorku pomocí SEM se využívá k pozorování chování povlaku na hranách součásti nebo ke kontrole kolumnárního růstu s preferovanou orientací (obr. 11), na což může navazovat další zkoumání, např. určení směru růstu povlaku. Na obr. 12 je porovnání bříty s neporušeným povlakem a povlakem, který je místy porušen, příp. delaminován např. v důsledku vysokého vnitřního napětí nebo špatné adheze.



Obr. 11: Porovnání povlaku s kolumnárním růstem (nahore) a povlaku bez kolumnárního růstu (dole)



Obr. 12: Porovnání bříty s neporušeným povlakem (nahore) a bříty s porušeným povlakem (dole)

### 1.4.2 Tloušťka

Tloušťka povlaku se nejčastěji pohybuje v rozmezí 2–5 μm, ale může být i tenká jen několik setin nanometrů nebo naopak silná až 15 a více μm. Příliš silná tloušťka povlaku vede ke zhoršení mechanických vlastností a může dojít k jeho odlupování. Velikost tloušťky se volí v závislosti na použití povlakovaných nástrojů. Pro nástroje určené k vrtání je ideální tloušťka povlaku 1 až 2 μm, kdežto u fréz může dosahovat až 8 μm. Nejčastější metodou měření tloušťky povlaku je tzv. kalotest. [20]

#### Měření tloušťky pomocí kalotestu

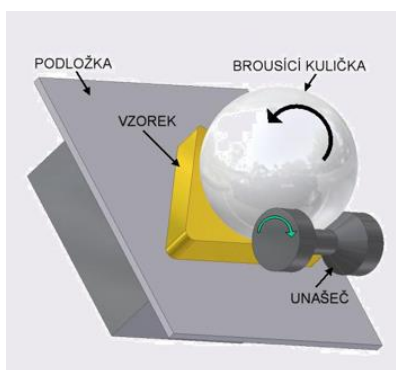
Kalotest je velice rychlá a jednoduchá destruktivní metoda. Součástí zařízení je ocelová koule známého průměru (nejčastěji 25 mm), která rotuje díky hřídeli připojené k motoru (obr.13). Ocelová koule potřená diamantovou pastou se otáčí proti zkušební ploše vzorku připevněného do držáku a na testovaném povrchu vytváří necelistvost ve formě kulového vrchlíku (kaloty). V případě, že kráter dostatečně velký, takže je vidět substrát, změří se pomocí optického mikroskopu vnější a vnitřní průměr kaloty (obr. 14). Tloušťka povlaku  $h$  se poté podle normy ČSN EN ISO 26 423 vypočítá pomocí vzorce: [21]

$$h = \frac{D^2 - d^2}{8r} \quad (1)$$

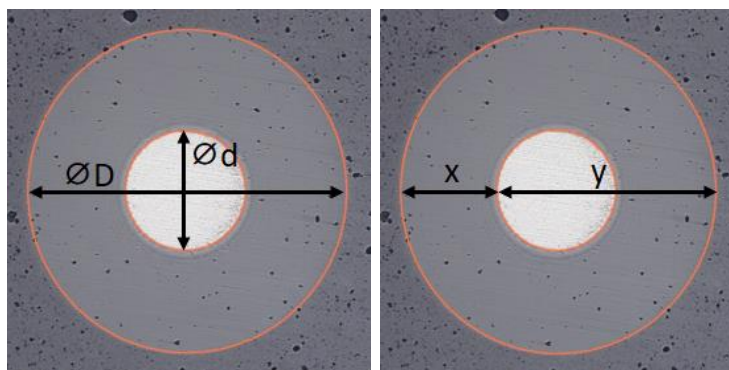
kde  $D$  ... vnější průměr kaloty  
 $d$  ... vnitřní průměr kaloty  
 $r$  ... poloměr brusné koule

nebo pomocí substituce  $D = x + y$  a  $d = y - x$ :

$$h = \frac{x * y}{2r} \quad (2)$$



Obr. 13: Schéma zařízení – kalotest [45]



Obr. 14: Vyznačení parametrů pro výpočet tloušťky povlaku [21]

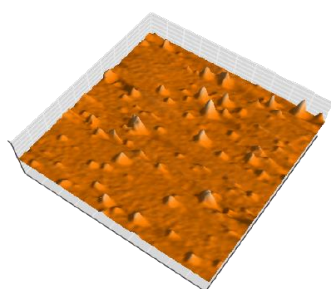
### 1.4.3 Drsnost povrchu

Výsledná drsnost povlaku je ovlivněna jak kvalitou opracování povlakovaného nástroje, tak i samotným povlakem. Vysoká drsnost má nežádoucí účinky např. při obrábění, kdy způsobuje mechanické a tepelné namáhání rezných nástrojů. Důvodem zvýšené drsnosti mohou být makročástečky vzniklé před i během depozice. Měření může probíhat pomocí klasického (kontaktního či optického) drsnoměru nebo metodou AFM (Atomic Force Microscopy). [20]

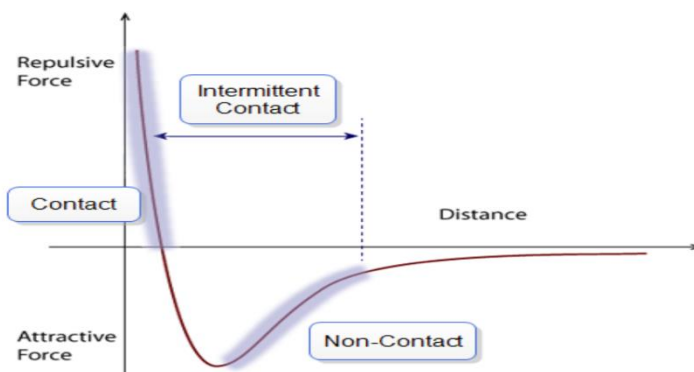
## Měření drsnosti povrchu pomocí AFM

AFM mapuje rozložení atomových sil na povrchu vzorku pomocí hrotu, který je těsně přiblížen k povrchu. Hrot o průměru přibližně 10 nm je umístěn na volném konci raménka dlouhého asi 100  $\mu\text{m}$ . Citlivý, obvykle laserový senzor detekuje ohnutí raménka a na základě jeho vychýlení je vypočítána morfologie povrchu vzorku (obr.15). K hodnocení drsnosti je používána zejména střední aritmetická odchylka  $S_a$ , která patří mezi tzv. drsnostní charakteristiky. [22]

Síly způsobující ohnutí raménka mají různou povahu. Nejběžnější jsou interatomové Van der Waalsovy síly. Celková síla působící na raménko může být odpuzivá nebo přitažlivá v závislosti na vzdálenosti hrotu od vzorku (obr. 16). [22]



Obr. 15: Výsledný obraz drsnosti povrchu získaný pomocí AFM

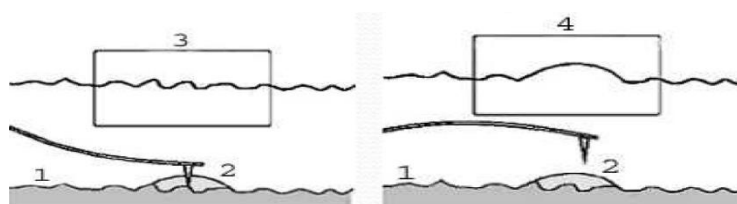


Obr. 16: Závislost Van der Waalsovy síly na vzdálenosti hrotu od povrchu vzorku (Repulsive Force – odpuzivá síla, Attractive Force – přitažlivá síla, Intermittent Contact – střídání módů, Contact – kontaktní mód, Non Contact – nekontaktní mód, Distance – vzdálenost hrotu od vzorku) – převzato a upraveno z [43]

Podle typu síly rozlišujeme dva základní režimy měření, kontaktní a bezkontaktní. Při měření kontaktním režimem je vzdálenost hrotu od povrchu vzorku menší než desetiny nanometru. Mezi atomy hrotu a povrchovými atomy působí odpuzivá Van der Waalsova síla o velikosti řádově  $10^{-7}$  N. Tato síla je v rovnováze se silami, které tlačí raménko k povrchu vzorku a jsou způsobeny jeho tuhostí. [22]

V opačném případě, při měření v bezkontaktním režimu, vibruje špička raménka vysokou frekvencí poblíž povrchu vzorku ve vzdálenosti řádově jednotek až desítek nanometrů. Laserovým senzorem jsou detekovány změny v amplitudě oscilací raménka způsobené špičkou blížící se nebo ustupující z povrchu. Síla mezi atomy je přitažlivá o velikosti řádově  $10^{-12}$  N. Používané raménko má větší tuhost, aby se zabránilo kontaktu špičky se vzorkem a jeho poškození. Měření v tomto režimu umožňuje skenování bez opotřebení vzorku a lze jím zobrazovat i měkké a flexibilní vzorky. [22]

Obrazy povrchu pevných vzorků jsou v obou případech relativně stejné. Rozdíl nastává, pokud na povrchu zkondenzuje tenká vrstva vody. Kontaktní režim bude snímat skutečný povrch, zatímco bezkontaktní režim bude snímat tvar povrchu vodní vrstvy (obr.17). [22]



Obr. 17: Rozdíl ve snímání oroseného povrchu vzorku kontaktním (vlevo) a nekontaktním (vpravo) módem pomocí AFM (1 – vzorek, 2 – kapka vody, 3 – snímek z kontaktního módu, 4 – snímek z nekontaktního módu [42])



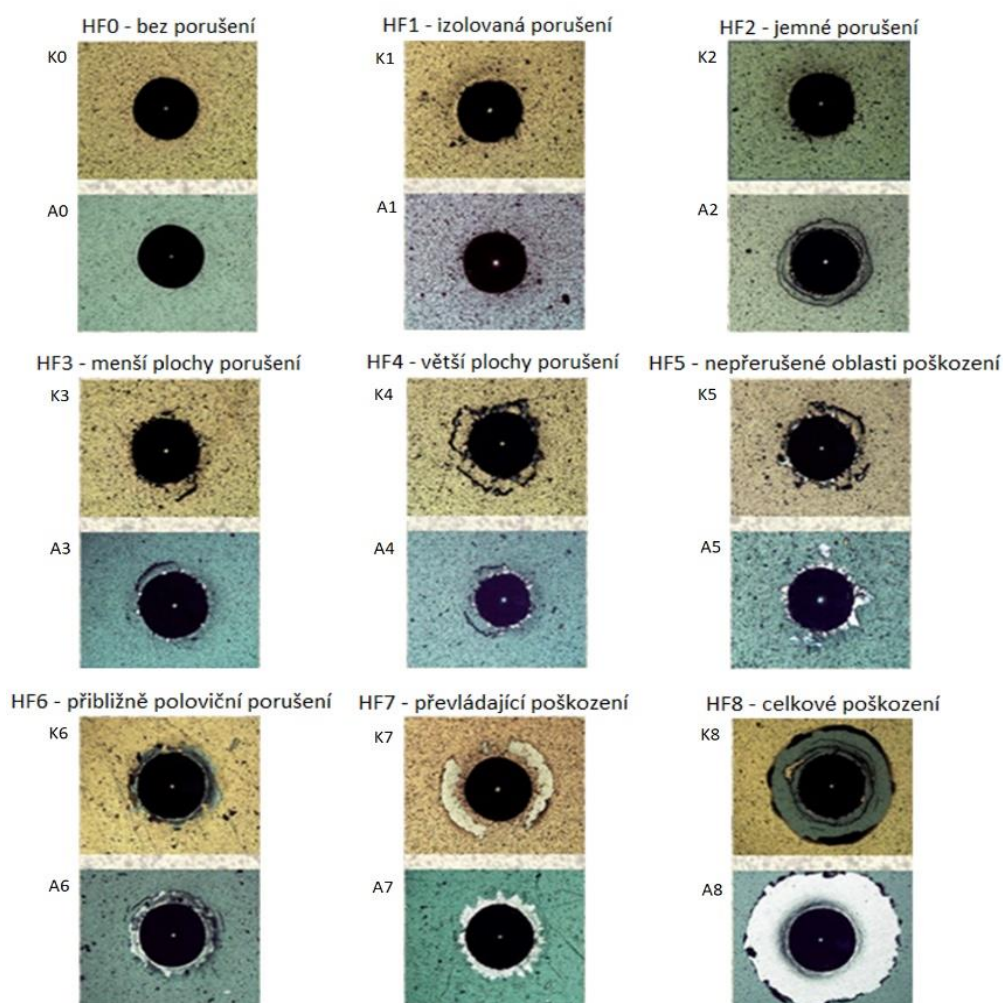
#### 1.4.4 Adheze a koheze

Adheze a koheze neboli přilnavost a soudržnost jsou důležitým parametrem hodnocení povlaků. Tyto vlastnosti jsou ovlivňovány zejména celkovou tloušťkou povlaku. Jejich zkoušení je založeno na principu vytvoření napětí k překonání vazebných sil a následného odtržení části povlaku. [20]

##### Měření adheze a koheze pomocí Daimler-Benz testu

Test je prováděn na Rockwellově tvrdoměru a je omezen především minimální tvrdostí podkladu 54 HRC, maximální tloušťkou povlaku 5  $\mu\text{m}$  a celkovou tloušťkou vzorku alespoň desetkrát větší než hloubka vtisku. Indentor je celkem třikrát vtlačen do povrchu napovlakovaného vzorku v souladu se stupnicí HRC, čímž způsobí plastickou deformaci substrátu a následné prasknutí nebo až odloupení povlaku. Hodnocena je pouze indentace, která nejvíce poškodila povlak. [23]

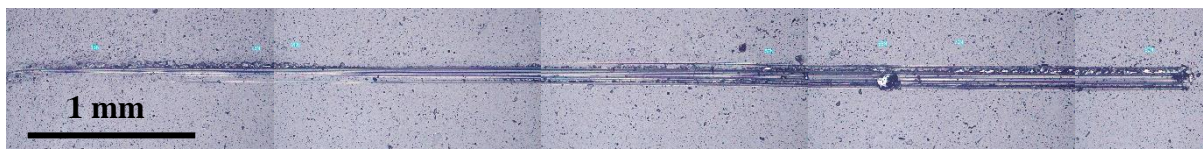
Výsledek zkoušky je klasifikován pomocí obrazové tabulky, která byla oproti předpisu VDI 3198 pro účely firmy rozšířena (obr. 18). Tato tabulka pak rozděluje tzv. selhání koheze a adheze do devíti skupin označovaných HF0 – HF8 a zohledňuje stupeň adheze určený množstvím zcela delaminovaného povlaku i stupeň koheze stanovený mírou popraskání povlaku v oblasti vtisku.



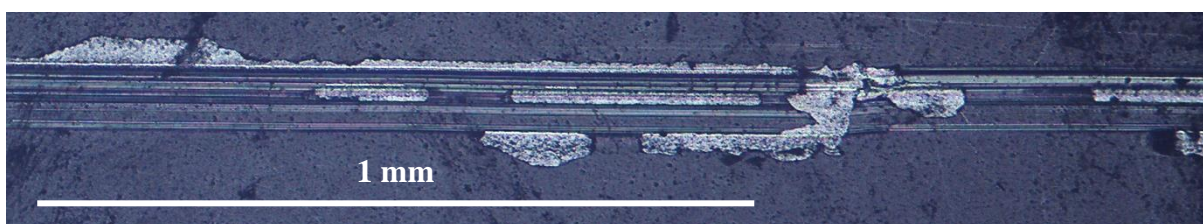
Obr. 18: Klasifikační tabulka fy Platit pro zkoušku adheze a koheze pomocí Daimler-Benz testu [44]

### Měření adheze metodou Scratch test

Zkouška přilnavosti poškrábáním je dalším způsobem, kterým lze určit adhezi povlaku. Je prováděna v souladu s normou ČSN EN ISO 20502 a jejím principem je vytvoření vrypu do povrchu vzorku. Diamantový hrot je vtlačován do povrchu plynule se zvětšující silou v rozsahu 1–100 N, zatímco se vzorek upevněný do držáku pohybuje konstantní rychlostí ve vertikálním směru. Vzniklé poškození lze vidět na obr. 19. Pomocí optického mikroskopu při zvětšení 10x se poté určí, kde (při jaké síle) došlo k odtržení povlaku od substrátu (obr. 20). [24], [25]



Obr. 20: Poškození povlaku vzniklé při měření adheze metodou Scratch test



Obr. 19: Detail poškození povlaku

### 1.4.5 Vnitřní napětí

Vnitřní napětí je způsobeno deformací v krystalové mřížce aplikovaného materiálu a může být kladné pod tlakovými silami nebo záporné pod tahovými silami (obr. 21). [26]



Obr. 21: Prohnutí molybdenového proužku při působení kladného a záporného vnitřního napětí

### Měření vnitřního napětí metodou Bent-strip

Principem metody je skenování molybdenového proužku. Ten je při depozici uchycen pouze jedním koncem (obr. 22), takže se může ohýbat v důsledku vnitřního napětí povlaku. Naskenováním pásku se určí stupeň průhybu a v závislosti na tloušťce povlaku se vypočítá velikost vnitřního napětí. [26]

Tato metoda měření je pouze orientační, avšak pro testování kvalitativních parametrů ve firemních podmínkách rozšířená a slouží jako velmi účinná komparační metoda pro ověření kvality povlaků.



Obr. 22: Uchycení Mo pásku při depozici

## 1.4.6 Tvrдост

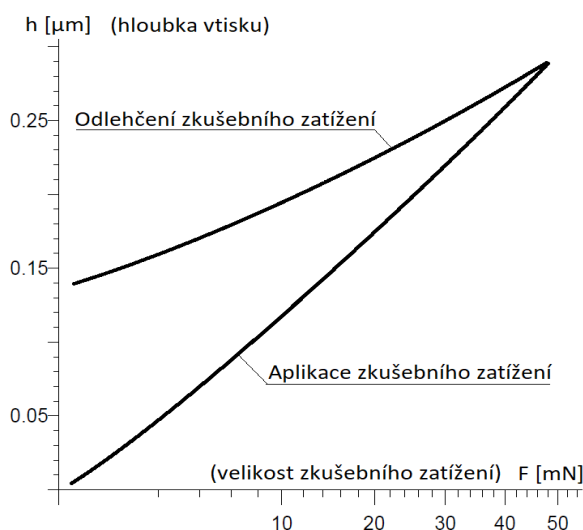
Tvrдост je možné obecně definovat jako „odpor materiálu proti trvalému vniknutí jiného, tvrdšího materiálu“. Podle velikosti zkušebního zatížení a hloubky průniku lze tvrдост rozdělit do tří rozsahů [27]:

- Makro – při velikosti zkušebního zatížení v rozsahu 2 N–30 kN,
- Mikro – při velikosti zkušebního zatížení menší než 2 N a hloubce průniku do 0,2  $\mu\text{m}$ ,
- Nano – při hloubce průniku menší než 0,2  $\mu\text{m}$ .

Mikrotvrдост nebo nanotvrдост je měřena, pokud je pro získání nezkreslených výsledků z klasického měření tvrдостi testovaný povrch příliš malý nebo testovaný povlak příliš tenký. Měření nanotvrдостi se provádí především u tenkých povlaků, vrstev nebo při zjišťování tvrдостi mikro-složek, jako jsou vlákna a částice v kompozitech. [28]

### Stanovení tvrдостi a materiálových parametrů instrumentovanou vnikací zkouškou

Tato zkouška umožňuje stanovit stejné hodnoty tvrдостi jako tradiční metody (zkouška podle Rockwella, Vickerse, Brinella...) a brát při tom v úvahu vliv elastické deformace. [27] Průběžným záznamem zkušebního zatížení a hloubky vtisku (obr. 23) lze kromě tvrдостi stanovit i další vlastnosti materiálu jako je např. Youngův modul nebo elastickoplastická tvrдост (tvrдост podle Martense). [27]



Obr. 23: Závislost hloubky vtisku na velikosti zkušebního zatížení – převzato a upraveno z [27]

Z tohoto záznamu je možné určit také odpor materiálu proti plastické deformaci, tzv. plastickou tvrдост  $HU_{pl}$ . Lze ji vypočítat pomocí vzorce: [29]

$$HU_{pl} = \frac{L_{max}}{A_t} \quad (3)$$

kde  $A_t$  je plocha indentace vytvořená pouze plastickou deformací při maximálním zkušebním zatížení  $L_{max}$ .

Vyhodnocení vtisků s ohledem na zatížení a posun indentoru umožňuje norma ČSN EN ISO 14577 [27] a instrumentovaná vnikací zkouška stanovení tvrдостi a materiálových parametrů konkrétně pro kovové a nekovové povlaky se řídí normou ČSN EN ISO 14577-4. [30]

### 1.4.7 Další možnosti analýzy

**Kluzné vlastnosti** výrazně ovlivňují tepelné zatížení nástroje v průběhu obrábění. Vlivem rostoucí teploty dochází ke zhoršování vlastností nejen nástroje, ale i obráběného materiálu. K určení kluzných vlastností slouží metoda Pin-on-disc, která se řídí normou ASTM G99-05. Principem této metody je vtlačování pinu (pevně uchyceného tělesa např. koule) do zkušebního vzorku, který se otáčí danou rychlostí. [31], [32]

**Tepelná stabilita** popisuje strukturní stabilitu materiálu při zvýšení teploty např. vlivem obrábění. Změna struktury se projevuje změnou mechanických vlastností materiálu. Zda a v jaké míře k tomu dochází se dá spolehlivě určit pomocí TEM (transmisní elektronová mikroskopie) nebo XRD (rentgenová difrakční analýza). [20]

**Odolnost proti oxidaci** je důležitou vlastností určující maximální teplotu, při které lze daný povlak používat. Oxidace může být povrchová (pasivace) nebo hloubková, při níž obvykle dochází k poškození povlaku v celém objemu [20]. V případě, že je vzorek povlakován celoplošně, je pro měření odolnosti proti oxidaci používána gravimetrická metoda, která pracuje na principu změny hmotnosti povlaku v závislosti na teplotě účinkem vzdušného kyslíku a je udávána normou ČSN EN ISO 10111 [33].



## 2 Praktická část

### 2.1 Návrh experimentu

V rámci experimentální části práce bylo celkem 36 kusů vzorků potaženo PVD povlakem na bázi AlCrN. Depozice proběhla třemi různými metodami:

- Magnetronové naprašování (DCMS)
- Magnetronové naprašování kombinované s obloukovým výbojem zesíleným doutnavým výbojem (DCMS+LGD)
- Vysokovýkonné magnetronové naprašování s pohyblivým magnetickým polem (HPMS)

Metoda DCMS se vyznačuje nízkou ionizací kovových atomů i atomů plynu, metoda DCMS+LGD vykazuje oproti metodě DCMS výrazně vyšší ionizaci atomů plynu a metoda HPMS vykazuje výrazně vyšší ionizaci atomů plynu i atomů kovu.

Pro každou z metod byly voleny vždy tři úrovně napětí mezi zemí a vzorky (depoziční napětí): 30 V, 60 V a 100 V. Ostatní parametry procesu byly shodné:

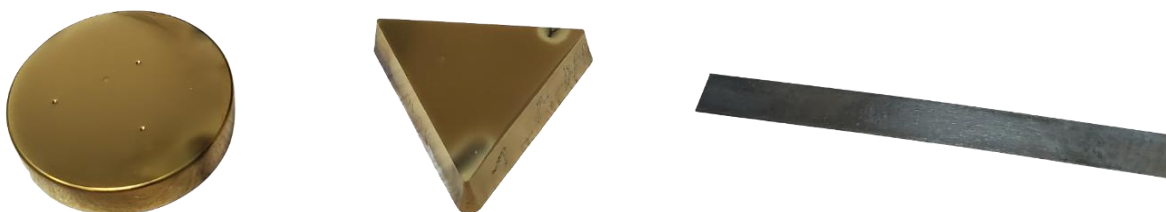
- Výkon  $P = 20 \text{ kW}$
- Parciální tlak argonu  $p(\text{Ar}) = 0,3 \text{ Pa}$
- Parciální tlak dusíku  $p(\text{N}_2) = 0,5 \text{ Pa}$
- Teplota  $T = 480 \text{ }^{\circ}\text{C}$

Všechny vyrobené povlaky byly podrobeny detailní mikrostrukturní analýze a poté hodnoceny z hlediska drsnosti povrchu, tloušťky, adheze a koheze, plastické tvrdosti, vnitřního napětí a typu struktury. Cílem podrobné komparační analýzy bylo vyhodnocení vlivu použitého napětí a metody povlakování na jednotlivé parametry povlaku.

## 2.2 Experimentální materiál

Povlak byl nanesen na tři typy vzorků (obr. 24):

- Vzorek z rychlořezné oceli (HSS) o průměru 20 mm a výšce 5 mm pro měření adheze a koheze pomocí Daimler-Benz testu.
- Vzorek z tvrdokovu o straně 19 mm, výšce 5 mm a drsnosti  $S_a 3 \pm 1$  nm pro měření drsnosti povrchu, tloušťky povlaku, adheze metodou Scratch test a nanotvrdosti.
- Molybdenový pásek o tloušťce 0,1 mm, šířce 4 mm a délce 40 mm pro měření vnitřního napětí.



Obr. 24: Typy použitých vzorků: Vzorek z HSS (kolečko), vzorek z tvrdokovu (trojúhelník) a molybdenový pásek

Různé typy substrátů byly zvoleny na základě jejich odlišné tvrdosti. Příliš vysoká tvrdost tvrdokovu vylučuje možnost analýzy adheze a koheze pomocí Daimler-Benz testu, a naopak nízká tvrdost rychlořezné oceli neumožňuje měření mikrotvrdosti a měření adheze metodou Scratch test.

Ke zkoušení byly používány konkrétně substráty z HSS a tvrdokovu, protože provádění základních testů na takovýchto zkušebních vzorcích pomáhá odhalit problematické parametry povlaků. Pokud test prokáže např. špatnou adhezi na kontrolním vzorku, nebude dobrá ani na finálním produktu. Pokud ale bude adheze na kontrolním vzorku přijatelná, neznamená to nutně, že bude povlak vykazovat stejné hodnoty i na komplikovanějších substrátech (např. bříty řezných nástrojů). To je následně nutné ověřit řeznou zkouškou.

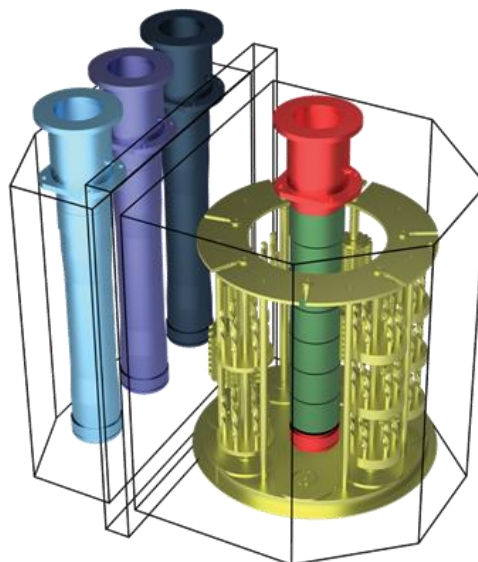
## 2.3 Experimentální technika

### 2.3.1 Technologie použité k depozici

Depozice byla realizována na povlakovací jednotce Pi411 Plus firmy PLATIT (obr. 25). Základní konfiguraci této jednotky (ARC se třemi rotujícími katodami uvnitř dveří) lze navíc doplnit centrální katodou (ARC nebo SPUTTER) (obr. 26), což umožňuje současné nanášení povlaků pomocí obou těchto technologií. [34]



Obr. 25: Powlakovací jednotka Pi411 PLUS firmy PLATIT [34]



Obr. 26: Možné umístění katod v povlakovací jednotce Pi411 PLUS [34]

### 2.3.2 Přístroje použité k analýze

#### Pozorování pomocí SEM

Pozorování struktury povlaků bylo prováděno na Rastrovacím Elektronovém Mikroskopu Tescan VEGA-II (obr. 27). Při použití urychlujícího napětí 30 kV lze dosáhnout rozlišení až 10 nm. Urychlující napětí lze nastavit na 1–30 kV a rozsah elektronového proudu je 1 pA – 2  $\mu$ A. [35]



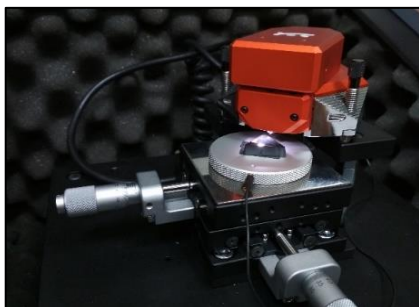
Obr. 27: Rastrovací Elektronový Mikroskop Tescan VEGA-II

### Měření drsnosti

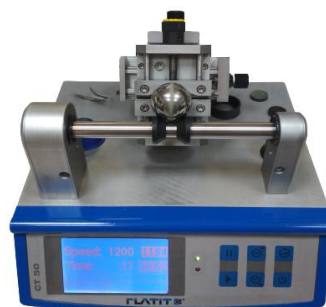
Pro naskenování povrchu napovlakovaného vzorku a k následnému určení drsnosti povrchu povlaku bylo použito zařízení AFM značky Nanosurf Easyscan 2 (obr. 28).

### Měření tloušťky

Vybroušení kaloty do povrchu bylo provedeno přístrojem Calotester CT50 (obr. 29), který pro své potřeby vyvinula firma Platit a.s.. Brusná kulička se otáčí rychlostí  $800 \text{ ot} \cdot \text{min}^{-1}$  a její působení je umocněno nanesením diamantové pasty do místa kontaktu kuličky s povrchem vzorku.



Obr. 29: AFM značky Nanosurf Easyscan 2



Obr. 28: Calotester CT50

### Měření adheze a koheze

Měření bylo provedeno dvěma způsoby. Pro zkoušku adheze a koheze pomocí Daimler-Benz testu byl použit Rockwellův tvrdoměr RADOM PW106 (obr. 30) vyrobený v roce 1957, který je ve firmě SHM nejstarším využívaným přístrojem.

Pro měření adheze metodou Scratch test bylo využito zařízení vyrobené svépomocí před více než 20 lety. Posun diamantového hrotu po vzorku zajišťuje motor z vyřazeného gramofonu a snímání akustické emise pak jehla z téhož gramofonu. Scratchtester (obr. 31) umožňuje přítlak v rozsahu 10–100 N.



Obr. 30: Rockwellův tvrdoměr RADOM PW106



Obr. 31: Scratchtester

### Světelná mikroskopie

Pozorování vzorků za účelem vyhodnocení kalotestu a adheze bylo prováděno na Metalografickém mikroskopu MTM 408 (obr. 32). Jedná se o trinokulární mikroskop s pěti planachromatickými objektivy o celkovém zvětšení 50–1000x. [36]

### Měření vnitřního napětí

Pro naskenování molybdenového pásu ohnutého v důsledku působení vnitřního napětí v povlaku byl použit Alicona Infinite Focus (obr. 33), což je optický 3D systém, pomocí kterého lze také měřit drsnost, zaoblení břitů nebo 3D profil komplexnějších vzorků. [37]



Obr. 33: Trinokulární Metalografický mikroskop MTM 408 [36]

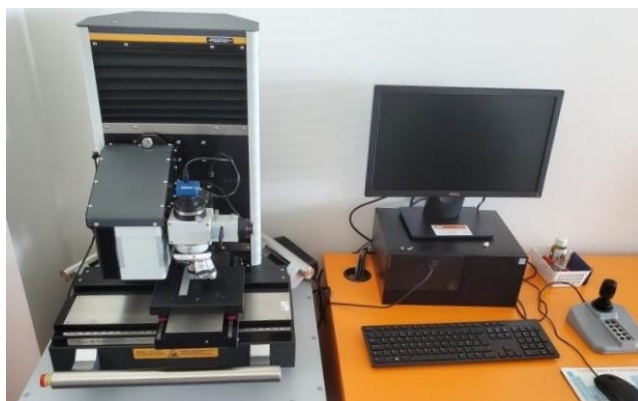


Obr. 32: Alicona Infinite Focus [40]

### Stanovení tvrdosti a materiálových parametrů instrumentovanou vnikací zkouškou

Plastická tvrdost  $HU_{pl}$  byla měřena pomocí zařízení FISCHERSCOPE HM2000 (obr. 34). Jedná se o nanotvrdoměr s rozsahem zkušební síly 0,1 – 2000 mN a je tedy vhodný i pro zkoušení pevných materiálů a povlaků o tloušťce menší než 1  $\mu m$ . Dále umožňuje stanovit materiálové parametry podle norem DIN EN ISO 14577-1 a ASTM E 2546 a díky dynamickému režimu lze určit i viskoelastické vlastnosti materiálu (dynamická mechanická analýza). [38]

Měřicí hlava přístroje je složena z Vickersova hrotu (pravidelný čtyřboký jehlan s vrcholovým úhlem 136°), zařízení pro generování zátěžné síly a zařízení pro měření hloubky vtisku. Celý proces vyhodnocování je řízen počítačem bez jakéhokoli subjektivního ovlivnění, ale může dojít k odchylkám způsobeným vibracemi nebo působením elektromagnetického pole.



Obr. 34: Nanotvrdoměr FISCHERSCOPE HM2000

## 2.4 Výsledky

### 2.4.1 Analýza struktury povlaku

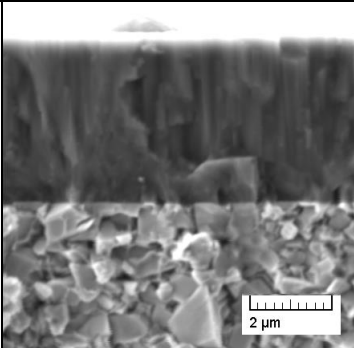
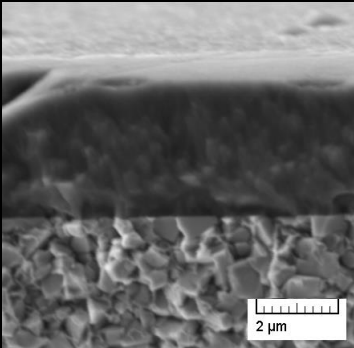
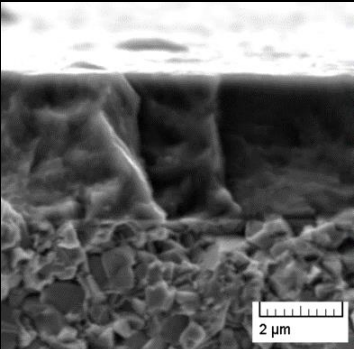
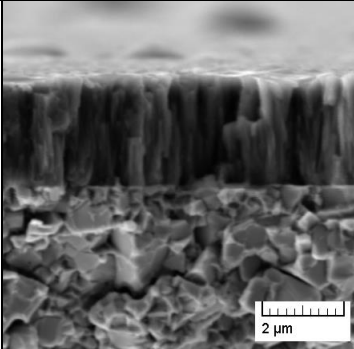
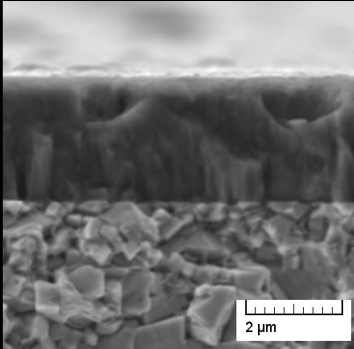
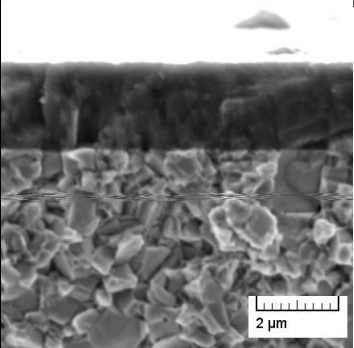
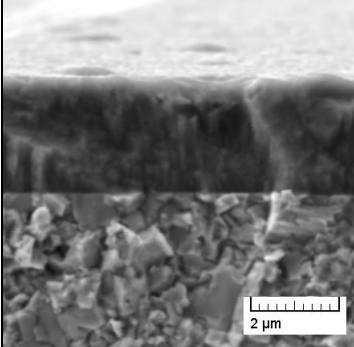
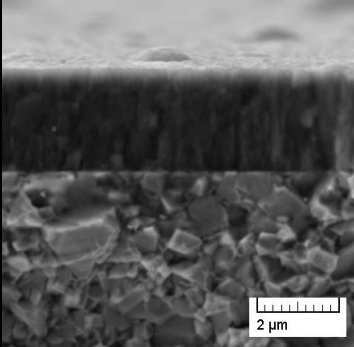
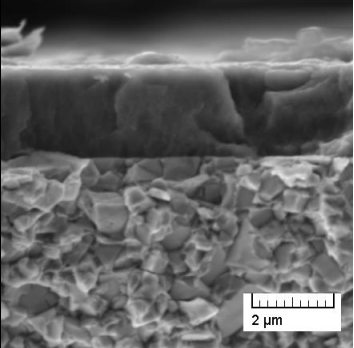
Analýza struktury povlaku byla prováděna na vzorku z tvrdokovu. Ten byl naříznut do hloubky devíti desetin své tloušťky a následně dolomen působením sil dle obr. 35.



Obr. 35: Příprava vzorku pro pozorování struktury povlaku

Vzhled morfologie povrchu (struktura) povlaku v příčném lomu u všech experimentálně připravených vzorků je přehledně sumarizován v tab. 3.

Tab. 3: Struktura povlaku v závislosti na depozičním napětí a použité metodě deposice

Napětí při depozici [V]			
	30	60	100
DCMS			
DCMS +LGD			
HPMS			



Studiem zadaných povlaků pomocí SEM jsme dospěli k těmto závěrům:

- S přechodem z metody DCMS, přes metodu DCMS+LGD, na metodu HPMS, dochází k přechodu struktury povlaku z uspořádané kolumnární (sloupovitá) na neuspořádanou glassy (skelnou) strukturu.
- Podobný efekt (přechod struktury povlaků z kolumnární na glassy strukturu) má i zvyšování depozičního napětí z 30 V, přes 60 V, na 100 V.
- Tento přechod je postupný. Nejvýraznější kolumnární struktura je tedy pozorovatelná u povlaku DCMS 30 V a oproti tomu nejvíce glassy strukturu vykazuje povlak HPMS 100 V.

## 2.4.2 Vyhodnocení rychlosti růstu povlaku

Aby bylo možné jednotlivé povlaky porovnat z hlediska tloušťky, je třeba nejprve vyhodnotit rychlost růstu povlaku. Vzhledem k tomu, že umístění vzorků v komoře bylo pro všechny experimenty stejné, stačí pro porovnání rychlosti růstu povlaku mezi sebou podělit tloušťku povlaku (tab. 4) a dobu depozice (tab. 5). Výsledky jsou shrnuty v tab. 6.

Tab. 4: Tloušťka povlaku v závislosti na depozičním napětí a použité metodě depozice

	Tloušťka [ $\mu\text{m}$ ]		
Napětí při depozici [V]	<b>30</b>	<b>60</b>	<b>100</b>
<b>DCMS</b>	2,94	2,76	2,60
<b>DCMS+LGD</b>	2,76	2,64	2,49
<b>HPMS</b>	4,01	3,60	3,39

Tab. 5: Doba depozice jednotlivých procesů

	Doba depozice [h]		
Napětí při depozici [V]	<b>30</b>	<b>60</b>	<b>100</b>
<b>DCMS</b>	1,67	1,67	1,67
<b>DCMS+LGD</b>	1,67	1,67	1,67
<b>HPMS</b>	2,75	2,75	2,75

Tab. 6: Rychlost růstu povlaku v závislosti na depozičním napětí a použité metodě depozice

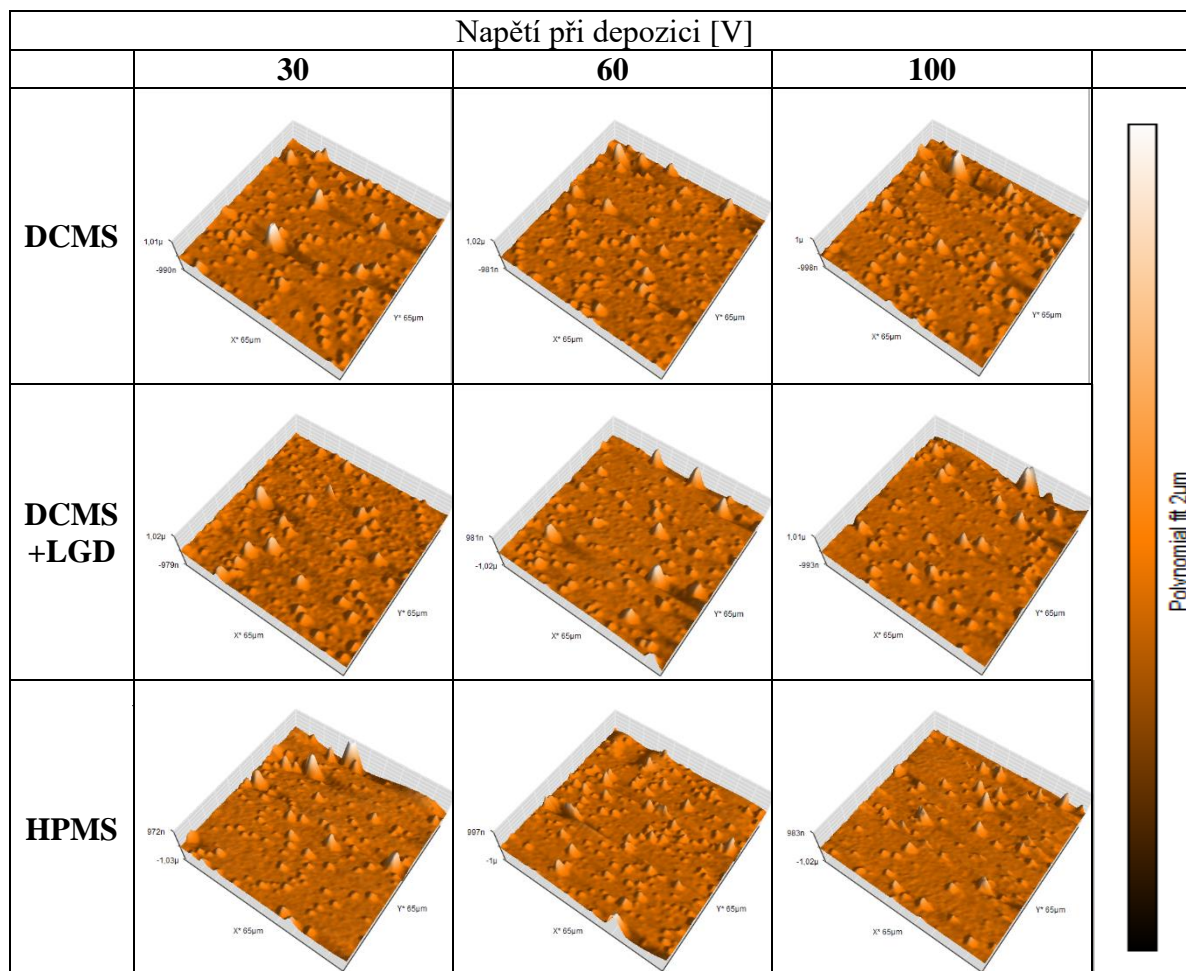
	Rychlost růstu [ $\mu\text{m}\cdot\text{h}^{-1}$ ]		
Napětí při depozici [V]	<b>30</b>	<b>60</b>	<b>100</b>
<b>DCMS</b>	1,76	1,65	1,55
<b>DCMS+LGD</b>	1,65	1,58	1,49
<b>HPMS</b>	1,49	1,31	1,22

Z výsledných hodnot je možno vyčíst, že docházelo ke snižování rychlosti růstu povlaku se zvyšováním depozičního napětí i se zvyšováním ionizace. Tento efekt je způsoben kombinací dvou jevů: densifikací (zhušťováním) povlaku a odprašování povlaku dopadajícími ionty.

### 2.4.3 Vyhodnocení drsnosti povrchu povlaku

Dokumentace morfologie povrchu jednotlivých vzorků při hodnocení drsnosti povrchu s využitím metody AFM je v tab. 7.

Tab. 7: Reliéf povrchu povlakovaného vzorku v závislosti na depozičním napětí a použité metodě deposice, parametry skenované oblasti: 65x65  $\mu\text{m}$



Intervaly výšky reliéfu oproti teoretické nulové ploše jednotlivých skenovaných oblastí jsou definovány v tab. 8.

Tab. 8: Interval výšky reliéfu oproti teoretické nulové ploše v závislosti na depozičním napětí a použité metodě deposice

Interval výšky reliéfu [ $\mu\text{m}$ ]			
Napětí při depozici [V]	30	60	100
<b>DCMS</b>	-0,990 až 1,01	-0,981 až 1,02	-0,998 až 1,00
<b>DCMS+LGD</b>	-0,979 až 1,02	-1,02 až 0,981	-0,993 až 1,01
<b>HPMS</b>	-1,03 až 0,972	-1,00 až 0,997	-1,02 až 0,983



Střední aritmetické odchylky jednotlivých skenovaných oblastí jsou uvedeny v tab. 9.

Tab. 9: Střední aritmetická odchylka  $S_a$  v závislosti na depozičním napětí a použité metodě depozice

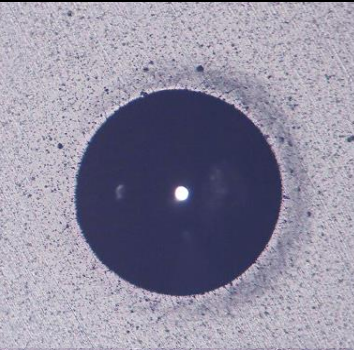
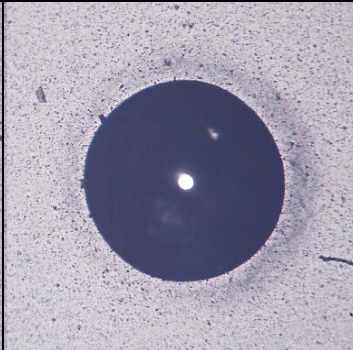
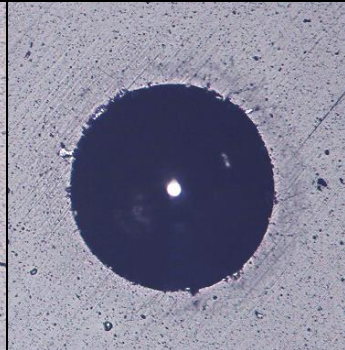
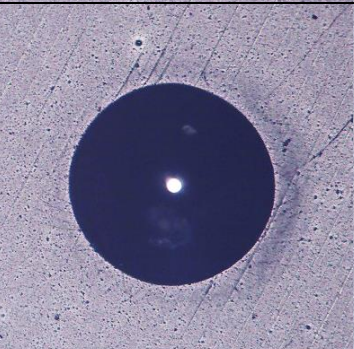
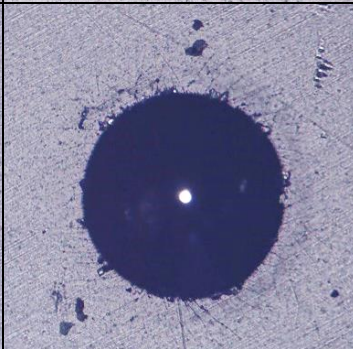
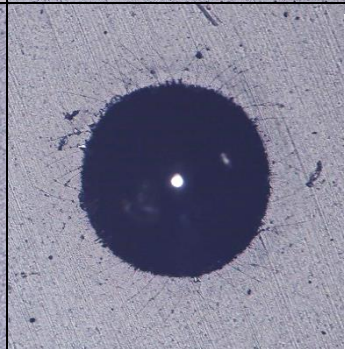
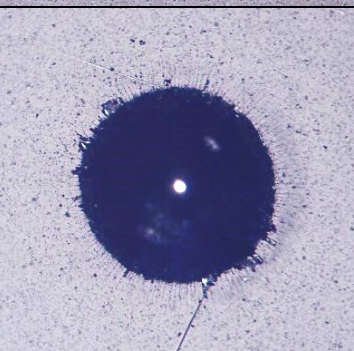
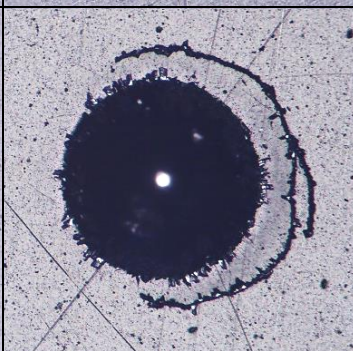
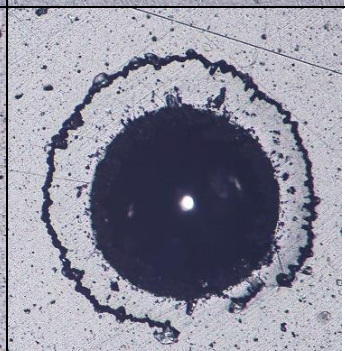
Střední aritmetická odchylka [nm]			
Napětí při depozici [V]	<b>30</b>	<b>60</b>	<b>100</b>
<b>DCMS</b>	51,85	40,45	54,9
<b>DCMS+LGD</b>	40,84	39,26	43,7
<b>HPMS</b>	43,94	41,84	31,3

Z výsledků v tab. 7 a 9 je patrné, že povlaky připravované technologií s vyšší ionizací dosahují nižších drsností povrchu. To je dáno rozdílnou strukturou povlaku, která se mění z kolumnární na glassy (viz kapitola 2.4.1). Pro povlak s kolumnárním růstem jsou patrné „kvěťákovité struktury“ způsobující zvýšenou drsnost. Všechny povlaky však mají dostatečně nízkou drsnost ( $S_a < 60$  nm), aby mohly být eventuálně dále testovány řeznou zkouškou. Závislost drsnosti povrchu na depozičním napětí se v našem případě neprokázala.

## 2.4.4 Vyhodnocení adheze a koheze povlaku

V tab. 10 je zobrazeno porušení povlaku způsobené zkouškou adheze a koheze pomocí Daimler-Benz testu.

Tab. 10: Porušení povlaku zkouškou adheze a koheze pomocí Daimler-Benz testu v závislosti na depozičním napětí a použité metodě depozice

Napětí při depozici [V]			
	30	60	100
<b>DCMS</b>			
<b>DCMS +LGD</b>			
<b>HPMS</b>			

Z tab. 10 vyplývá, že adheze a koheze povlaku byla dostatečná. Pouze u metod depozice s vyšším napětím na vzorcích a vyšší ionizací došlo k marginálnímu adheznímu porušení povlaku, což bylo způsobeno vyšším vnitřním pnutím v povlaku (viz kapitola 2.4.5).

Z výsledků měření adheze pomocí Scratch testu uvedených v tab. 11 nejsou patrné žádné jasné trendy adheze v závislosti na depozičním napětí nebo použité metodě depozice. Pouze povlaky s depozičním napětím 100 V vykazovaly výrazné poškození, a tedy zhoršenou adhezi, což bylo pravděpodobně částečně zapříčiněno vyšším vnitřním napětím těchto povlaků.

Tab. 11: Síla, při které došlo k odloupení povlaku v závislosti na depozičním napětí a použité metodě depozice

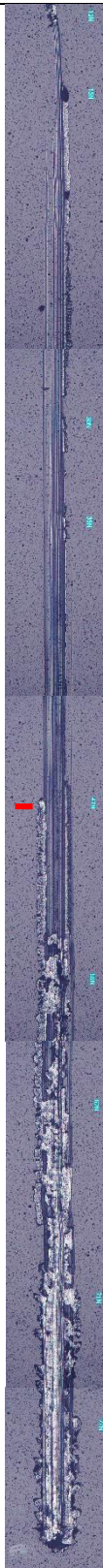
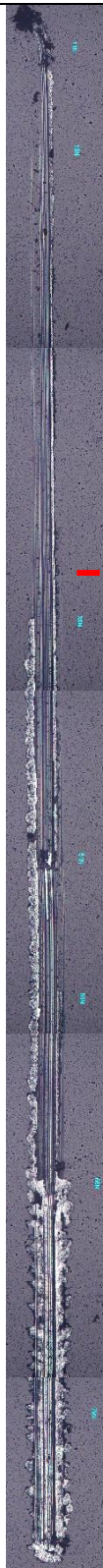

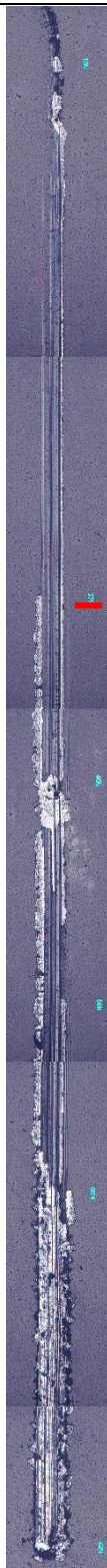
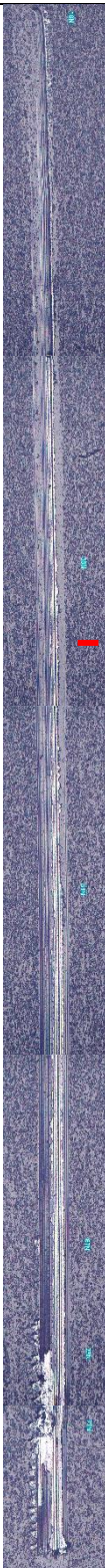
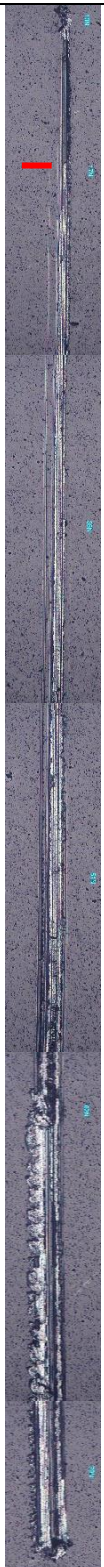
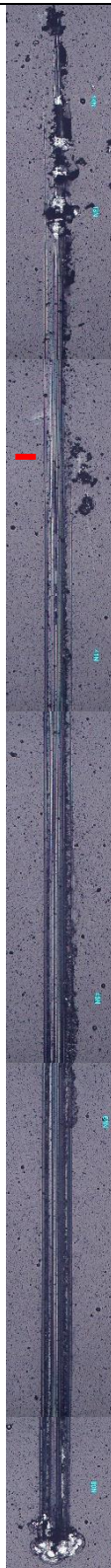
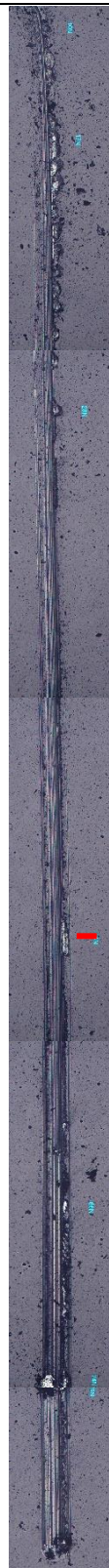
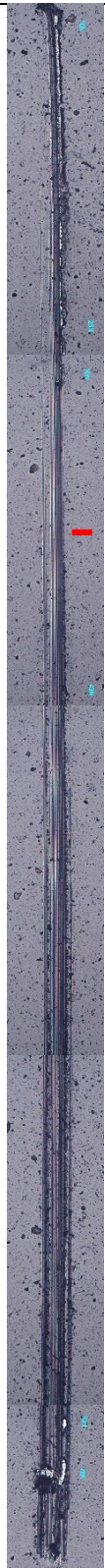
Napětí při depozici [V]	Síla [N]		
	<b>30</b>	<b>60</b>	<b>100</b>
<b>DCMS</b>	47,5	38,0	18,5
<b>DCMS+LGD</b>	42,5	44,0	16,5
<b>HPMS</b>	37,0	54,5	35,0

Místo, kde došlo k odloupení povlaku, je v označeno červeně v tab. 12.

Optimální hodnota síly, při níž dojde k porušení povlaku byla na základě praktických zkušeností u řezných nástrojů stanovena na cca 50 N. Tato hodnota byla dosažena pouze v jednom z devíti připravených vzorků (HPMS 60 V). Obecně lze tedy výsledky adheze pomocí Scratch testu považovat za neuspokojivé.

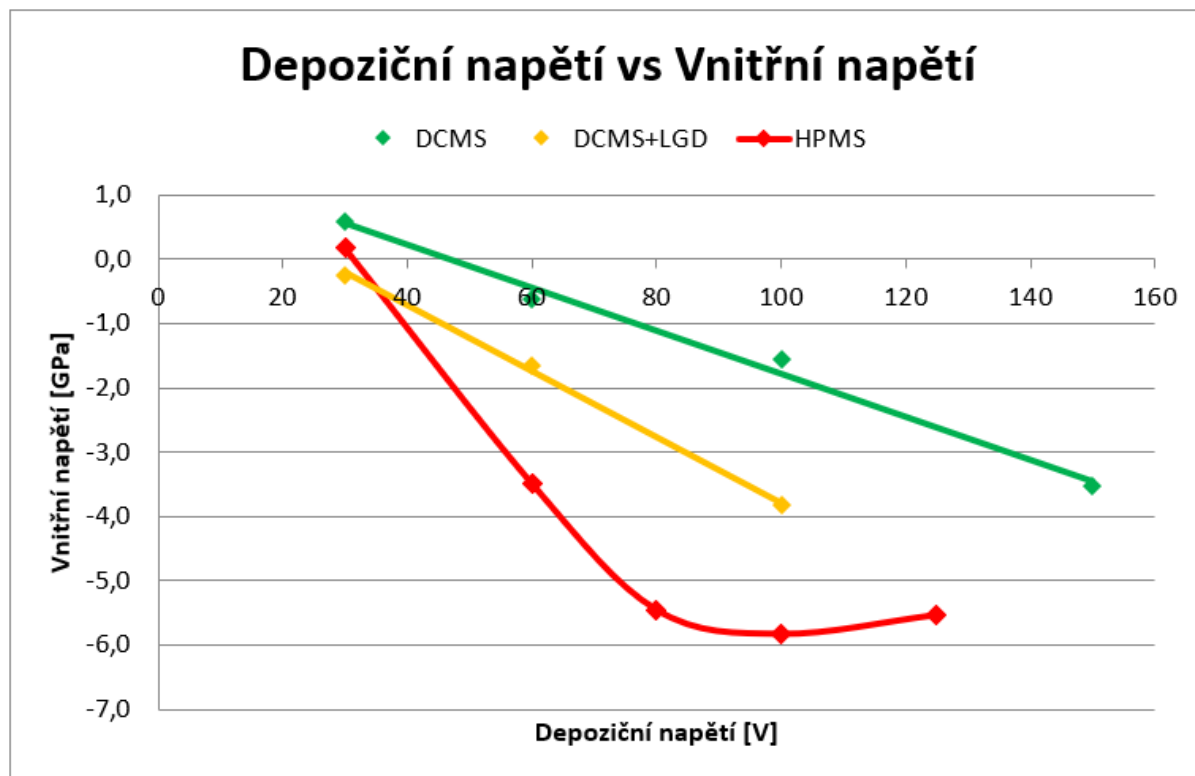


Tab. 12: Porušení povlaku zkouškou adheze metodou Scratch test v závislosti na depozičním napětí a použité metodě deposice, zátěžná síla: 10–82 N

DCMS			DCMS+LGD			HPMS		
Napětí při deposici [V]								
30	60	100	30	60	100	30	60	100
								

## 2.4.5 Vyhodnocení vnitřního napětí povlaku

Graf na obr. 36 zobrazující závislost vnitřního napětí zkoušeného metodou Bent-strip na depozičním napětí ukazuje, že vyšší hodnoty ionizace použité metody depozice a vyšší hodnoty depozičního napětí vedli ke zvýšení kompresního napětí v povlaku.



Obr. 36: Graf závislosti vnitřního napětí na depozičním napětí

Depozice odpovídající bodům pro HMPS 80 V, 120 V a DCMS 150 V byly provedeny až poté, co byly získány výsledky z měření z 30 V, 60 V a 100 V a posloužily pouze k doplnění celkového obrazu závislosti vnitřního napětí a plastické deformace (viz kapitola 2.4.6). Jejich další parametry nebyly měřeny.

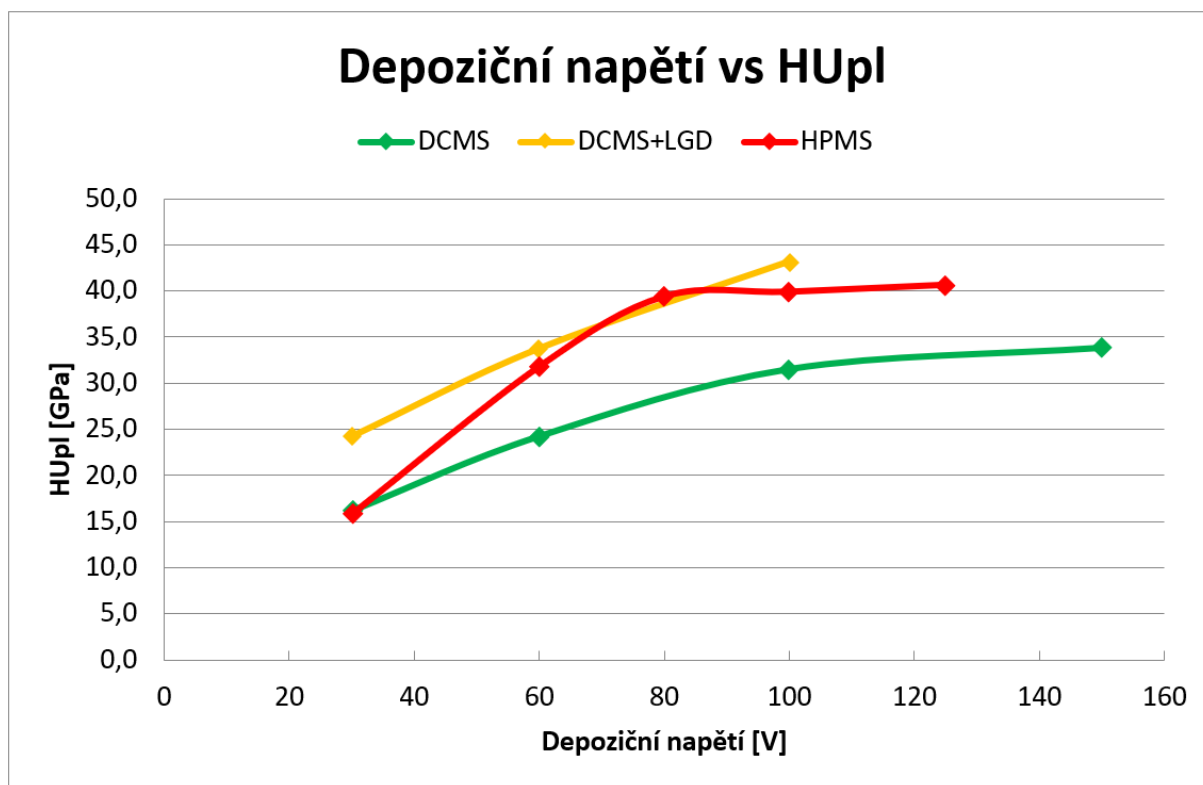
V tab. 14 jsou uvedeny hodnoty vnitřního napětí povlaku. Obecně hodnoty nižší než -3 GPa mohou vést k částečnému zhoršení adheze deponovaného povlaku, což se stalo i v tomto případě (viz kapitola 2.4.4).

Tab. 13: Vnitřní napětí povlaku v závislosti na depozičním napětí a použité metodě depozice

Napětí při depozici [V]	Vnitřní napětí [GPa]		
	30	60	100
<b>DCMS</b>	0,6	-0,6	-1,6
<b>DCMS+LGD</b>	-0,3	-1,6	-3,8
<b>HPMS</b>	0,2	-3,5	-5,8

## 2.4.6 Vyhodnocení plastické tvrdosti povlaku

Z grafu závislosti plastické tvrdosti na depozičním napětí (obr. 37) lze vyčíst, že vyšší depoziční napětí obecně přispívá k vyšší plastické tvrdosti povlaku, což může mít za následek i vyšší otěruvzdornost povlaku.



Obr. 37: Graf závislosti plastické tvrdosti ( $HU_{pl}$ ) na depozičním napětí

Nadějně pro použití v obrábění železných kovů se jeví především povlaky s plastickou tvrdostí (tab. 13) vyšší než 30 GPa.

Tab. 14: Plastická tvrdost povlaku ( $HU_{pl}$ ) v závislosti na depozičním napětí a použité metodě depozice

Napětí při depozici [V]	$HU_{pl}$ [GPa]		
	30	60	100
<b>DCMS</b>	16,2	24,3	31,5
<b>DCMS+LGD</b>	24,3	33,8	43,2
<b>HPMS</b>	15,9	31,9	40,0

### 3 Závěr

Povlaky na bázi AlCrN jsou nejčastěji používanou povrchovou úpravou nástrojů určených k frézování. Doposud bylo k depozici tohoto povlaku využíváno pouze magnetronového naprašování. Cílem experimentu bylo zjistit, zda jiná metoda nanášení povlaku bude mít vliv na zlepšení jeho vlastností (drsnotu povrchu, adhezní a kohezní parametry, vnitřní napětí, tvrdost, ...) a tím na zlepšení výsledků řezné zkoušky.

Povlak AlCrN byl nanesen metodami DCMS (pro srovnání), DCMS+LGD a HPMS při třech úrovních napětí mezi zemí a vzorky (30 V, 60 V a 100 V), na tři typy zkušebních vzorků. Výsledné povlaky byly následně analyzovány z hlediska jejich struktury, tloušťky, drsnosti, adhezních a kohezních parametrů, tvrdosti a vnitřního napětí.

Po vyhodnocení byly pro další zkoušky vybrány povlaky DCMS 100 V, DCMS+LGD 60 V, DCMS+LGD 100 V a HPMS 60 V.

Dostatečnou adhezi a kohezi zkoušenou pomocí Daimler-Benz testu vykazovaly pouze povlaky DCMS 100 V, DCMS+LGD 60 V a DCMS+LGD 100 V. U povlaku HPMS 60 V došlo k částečnému zhoršení adheze, pravděpodobně z důvodu vnitřního napětí povlaku nižšího než -3 GPa. U povlaku DCMS+LGD 100 V byly nižší hodnoty vnitřního napětí naměřeny také, avšak toto zhoršení nevykazoval.

Z výsledků měření adheze pomocí Scratch testu vyplývá, že síla, při níž došlo k porušení povlaku je téměř ve všech případech významně nižší, než požadovaná optimální hodnota 50 N. Vzhledem k ne zcela uspokojivým výsledkům adhezních hodnot získaných pomocí Scratch testu by před započítáním dalších testovacích procedur (řezné zkoušky, zkoušky životnosti atp.) bylo vhodné fokusovat pozornost právě na optimalizaci tohoto parametru.

Na základě provedené analýzy se vybrané povlaky jeví jako velice slibné, neboť všechny měly strukturu glassy, která je pro frézování vhodnější než struktura kolumnární, vykazovaly drsnost  $S_a$  nižší než 60 nm, což je dostatečně nízká hodnota pro následné testování řeznou zkouškou, a plastickou tvrdost vyšší než 30 GPa, což se jeví jako nadějně pro obrábění zelených kovů.

S těmito vlastnostmi splňují požadavky pro následné testování a budou tedy dále podrobeny řezné zkoušce, která spočívá ve frézování oceli válcovou frézou (hrubování).



## 4 Literatura

- [1] PVD Povlakování. *Voestalpine High Performance Metals CZ* [online]. Vyškov: voestalpine, 2021 [cit. 2021-05-10]. Dostupné z: <https://www.voestalpine.com/highperformancemetals/cs/cs/sluzeb/povlakovani/pvd-povlakovani/>
- [2] Povlaky BALINIT na bázi AlCrN. *Oerlikon Balzers* [online]. Oerlikon Balzers, 2021 [cit. 2021-05-10]. Dostupné z: <https://www.oerlikon.com/balzers/cz/cs/portfolio/balzers-surface-solutions/povlaky-na-bazi-pvd-a-pacvd/balinit/povlaky-balinit-na-bazi-alcarn/>
- [3] Ionbond Crosscut facts: AlCrN coating. *Ionbond – IHI Group* [online]. Dulliken: IHI Ionbond AG, 2021 [cit. 2021-05-10]. Dostupné z: <https://www.ionbond.com/cz/zakazkove-povlakovani/obrabeci-nastroje/portfolio-povlaku/crosscuttm-fakta/>
- [4] CADENA, Natalia, Rodrigo CUE-SAMPEDRO, Héctor SILLER, Ana ARIZMENDI-MORQUECHO, Carlos RIVERA-SOLORIO a Santiago DI-NARDO. Study of PVD AlCrN Coating for Reducing Carbide Cutting Tool Deterioration in the Machining of Titanium Alloys. *Materials* [online]. 2013, **6**(6), 2143-2154 [cit. 2021-04-17]. ISSN 1996-1944. Dostupné z: doi:10.3390/ma6062143
- [5] AZOM. *Chemical Vapour Deposition (CVD) - An Introduction* [online]. [cit. 2021-04-17]. Dostupné z: <https://www.azom.com/article.aspx?ArticleID=1552>
- [6] HUMÁR, Anton. *Materiály pro řezné nástroje*. Praha: MM Publishing, 2008. ISBN 978-80-254-2250-2.
- [7] Trendy v povlakování slinutých karbidů. *MM Průmyslové spektrum: Vzduchotechnika, pneumatika a kompresory* [online]. 2001, (78) [cit. 2021-04-17]. Dostupné z: <https://www.mmspektrum.com/clanek/trendy-v-povlakovani-slinutych-karbidu>
- [8] HUGHES, Matt. What Is PVD Coating?. In: *Semicore* [online]. Livermore: Semicore, 2021 [cit. 2021-04-17]. Dostupné z: <http://www.semicore.com/what-is-pvd-coating>
- [9] PVD based processes: The PVD processes. In: *Oerlikon Balzers* [online]. Pfäffikon: Oerlikon Management, 2021 [cit. 2021-04-17]. Dostupné z: <https://www.oerlikon.com/balzers/global/en/portfolio/surface-technologies/pvd-based-processes/>
- [10] HASSAN, Mohammad M. Antimicrobial Coatings for Textiles. TIWARI, Atul. *Handbook of Antimicrobial Coatings*. Elsevier, 2018, s. 321-355. ISBN 978-0-12-811982-2.
- [11] Současnost a trendy povlakování technologií PVD. *MM Průmyslové spektrum: Řezné nástroje v kovoobrábění a dřevoobrábění* [online]. 2003, (4) [cit. 2021-04-17].



Dostupné z: <https://www.mmspektrum.com/clanek/soucasnost-a-trendy-povlakovani-technologie-pvd>

- [12] PILLAI, Rajeev R. *CVD and PVD Thin Film Techniques* [online]. In: . [cit. 2021-04-22]. Dostupné z: <http://www.slideshare.net/rpillairajeev/cvd-and-pvd-thin-film-techniques>
- [13] Povlaky: Povlaky používané ke zvýšení životnosti a produktivity fréz. *ZPS-FN* [online]. ZPS-FN, 2021 [cit. 2021-04-17]. Dostupné z: <https://www.zps-fn.cz/cz/povlaky/>
- [14] Řezné nástroje na IMTS 2006 Chicago. *MM Průmyslové spektrum: Technologie, stroje a řezné nástroje v obrábění* [online]. 2006, (12) [cit. 2021-04-17]. Dostupné z: <https://www.mmspektrum.com/clanek/rezne-nastroje-na-imts-2006-chicago>
- [15] MARTIN, Peter M., ed. *Handbook of Deposition Technologies for Films and Coatings: Science, Applications and Technology*. 3rd edition. Oxford: Elsevier, 2010. Materials Science 2009. ISBN 978-0-8155-2031-3.
- [16] GUDMUNDSSON, Jon a Daniel LUNDIN. Introduction to magnetron sputtering. LUNDIN, Daniel, Tiberiu MINEA a Jon GUDMUNDSSON. *High Power Impulse Magnetron Sputtering: Fundamentals, Technologies, Challenges and Applications*. Elsevier, 2020, s. 1-48. ISBN 978-0-12-812454-3.
- [17] BEST, S. M., J. A. JUHASZ, ed. Surface modification of biomaterials by calcium phosphate deposition. WILLIAMS, Rachel. *Surface Modification of Biomaterials: Methods Analysis and Applications*. Woodhead, 2011, s. 143-169. ISBN 978-1-84569-640-5.
- [18] VETTER, Jörg, Wolfgang BURGMER a Anthony PERRY. Arc-enhanced glow discharge in vacuum arc machines. MATTHEWS, A. *Surface and Coatings Technology*. Elsevier, 2021, s. 152-155. ISBN 0257-8972.
- [19] BENIAC, D. et al. *An introduction to electron microscopy*. 2010. ISBN 978-0-578-06276-1.
- [20] ŠÍMA, Michal, Mojmir JÍLEK, Pavel HOLUBÁŘ a Ondřej ZINDULKA. Měření vlastností povlaků na nástrojích. *MM Průmyslové spektrum: Měření ve strojírenství, Řízení jakosti a TQM* [online]. 2004, (6) [cit. 2021-04-21]. ISSN 1212-2572. Dostupné z: <https://www.mmspektrum.com/clanek/mereni-vlastnosti-povlaku-na-nastrojich>
- [21] ČSN EN ISO 26423. *Jemná keramika (speciální keramika, speciální technická keramika): Stanovení tloušťky povlaku kráterovou brousící metodou*. 2016.
- [22] BINNIG, G., C. QUATE a Ch. GERBER. Atomic Force Microscope. *Physical Review Letters* [online]. American Physical Society, 1986, **56**(9), 930-933 [cit. 2021-04-21]. Dostupné z: <https://journals.aps.org/prl/abstract/10.1103/PhysRevLett.56.930>

- [23] VIDA KISA, N. a A.N.Bilalisb ANTONIADISA. The VDI 3198 indentation test evaluation of a reliable qualitative control for layered compounds. *Journal of Materials Processing Technology*. 2003, (143–144), 481-485. ISSN 0924-0136.
- [24] ČSN EN ISO 20502. *Jemná keramika (speciální keramika, speciální technická keramika) - Stanovení přilnavosti keramických povlaků zkouškou vrypem*. Praha: Úřad pro technickou normalizaci, metrologii a státní zkušebnictví, 2016.
- [25] OHRING, Milton. Chapter 12 - Mechanical Properties of Thin Films. OHRING, Milton. *Materials Science of Thin Films*. Second Edition. Academic Press, 2002, s. 711-781. ISBN 978-0-12-524975-1.
- [26] MÉZIN, André. Coating internal stress measurement through the curvature method: A geometry-based criterion delimiting the relevance of Stoney's formula. *Surface and Coatings Technology* [online]. Elsevier, 2021, **416** [cit. 2021-04-21]. ISSN 0257-8972. Dostupné z: <https://www.sciencedirect.com/science/article/pii/S0257897205007280>
- [27] ČSN EN ISO 14577-1. *Kovové materiály - Instrumentovaná vnikací zkouška stanovení tvrdosti a materiálových parametrů - Část 1: Zkušební metoda*. Praha: Úřad pro technickou normalizaci, metrologii a státní zkušebnictví, 2016.
- [28] SUNDARARAJAN, G. a M. ROY, ed. Hardness Testing. BUSCHOW, K.H., Merton FLEMINGS, Edward KRAMER, Patrick VEYSSIÈRE, Robert CAHN, Bernhard ILSCHNER a Subhash MAHAJAN. *Encyclopedia of Materials: Science and Technology*. Second Edition. Pergamon, 2001, s. 3728-3736. ISBN 978-0-08-043152-9.
- [29] VAŠINA, Petr, Pavel SOUČEK, Tereza SCHMIDTOVÁ et al. Depth profile analyses of nc-TiC/a-C:H coating prepared by balanced magnetron sputtering. *Surface and Coatings Technology*. Elsevier, 2021, (416), 53-56. ISSN 0257-8972. Dostupné z: [doi:https://doi.org/10.1016/j.surfcoat.2011.02.038](https://doi.org/10.1016/j.surfcoat.2011.02.038)
- [30] ČSN EN ISO 14577-4. *Kovové materiály - Instrumentovaná vnikací zkouška stanovení tvrdosti a materiálových parametrů - Část 4: Zkušební metoda pro kovové a nekovové povlaky*. Praha: Úřad pro technickou normalizaci, metrologii a státní zkušebnictví, 2017.
- [31] MIYOSHI, Kazuhisa a Randy VANDER WAL. 19 - Application of Carbon Based Nano-Materials to Aeronautics and Space Lubrication. ERDEMIR, Ali a Jean-Michel MARTIN. *Superlubricity*. Elsevier, 2007, s. 311-340. ISBN 978-0-444-52772-1.
- [32] ASTM G99-05. *Standard Test Method for Wear Testing with a Pin-on-Disk Apparatus*. West Conshohocken: ASTM International, 2021.
- [33] ČSN EN ISO 10111. *Kovové a jiné anorganické povlaky – Měření plošné hmotnosti – Přehled gravimetrických a chemických analytických metod*. Česká agentura pro standardizaci, 2019.

- [34] Pvd standard coating units: Pi411. *Platit* [online]. Selzach: Platit [cit. 2021-04-22]. Dostupné z: <https://www.platit.com/en/products/coating-units/pvd-standard-coating-units/2-pi411/>
- [35] TESCAN VEGA. *TESCAN* [online]. Tescan, 2021 [cit. 2021-05-11]. Dostupné z: <https://www.tescan.com/product/sem-for-materials-science-tescan-vega/>
- [36] Metalografický mikroskop MTM 408. *Maneko laboratorní přístroje a technika* [online]. MANEKO, c2005-2007 [cit. 2021-05-11]. Dostupné z: <http://www.maneko.cz/metalograficky-mikroskop-mtm-408/>
- [37] Dimensional accuracy & surface finish measurement. *Bruker Alicona* [online]. Alicona, 2021 [cit. 2021-05-11]. Dostupné z: <https://www.alicon.com/en/products/infinitefocus/>
- [38] FISCHERSCOPE HM2000. *Handheld Gauges For Coating Thickness* [online]. Sindelfingen: Helmut Fischer [cit. 2021-05-11]. Dostupné z: <https://www.helmut-fischer.com/products/fischerscope-hm2000>
- [39] Nástrojové materiály. In: *Sandvik Coromant* [online]. Sandvik, c2000-2012 [cit. 2021-04-17]. Dostupné z: <https://www.sandvik.coromant.com/cs-cz/knowledge/materials/pages/cutting-tool-materials.aspx>
- [40] Bruker Alicona Launch Equipment Loan Program to Med-Tec Sector. *Metrology News* [online]. E-Zine Media, c2016-2021 [cit. 2021-04-26]. Dostupné z: <https://metrology.news/bruker-alicon-launch-equipment-loan-program-to-med-tec-sector/>
- [41] Medthin™ coatings for medical applications. *Ionbond IHI Group* [online]. Dulliken: IHI Ionbond, 2021 [cit. 2021-04-28]. Dostupné z: <https://www.ionbond.com/coating-services/medical/>
- [42] JÍLEK JR., Mojmír. *Soukromý archiv*.
- [43] Atomic Force Microscopy (AFM). *SPM Training Guide* [online]. Santa Barbara: Bruker Corporation, c2010-2011 [cit. 2021-05-18]. Dostupné z: [https://www.nanophys.kth.se/nanolab/afm/icon/bruker-help/Content/SPM%20Training%20Guide/Atomic%20Force%20Microscopy%20\(AF%20M\)/Atomic%20Force%20Microscopy%20\(AF%20M\).htm](https://www.nanophys.kth.se/nanolab/afm/icon/bruker-help/Content/SPM%20Training%20Guide/Atomic%20Force%20Microscopy%20(AF%20M)/Atomic%20Force%20Microscopy%20(AF%20M).htm)
- [44] *Firemní specifikace pro hodnocení kvality povlaků, sestavená na základě Verein Deutscher Ingenieure Normen, VDI 3198, VDI-Verlag, Dusseldorf, 1991. SHM, s.r.o. Šumperk, 1993.*
- [45] HOLMBERG, Kenneth a Allan MATTHEWS. *Coatings Tribology*. 2nd edition. Great Britain: Elsevier, 2009. ISBN 9780444527509.

## 5 Seznam symbolů a zkratek

AEGD.....	Arc-enhanced glow discharge
AFM.....	Atomic Force Microscopy
ARC.....	Obloukový výboj
BSE.....	Zpětně odražené elektrony
CVD.....	Chemical Vapour Deposition
DCMS.....	Magnetronové naprašování
DCMS+LGD.....	Magnetronové naprašování kombinované s obloukovým výbojem zesíleným doutnavým výbojem
HPMS.....	Vysokovýkonné magnetronové naprašování s pohyblivým magnetickým polem
HSS.....	Rychlořezná ocel
PVD.....	Physical Vapor Deposition
RTG.....	Rentgenové záření
SE.....	Sekundární elektrony
SEM.....	Scanning Electron Microscopy
SPUTTER.....	Naprašování
TEM.....	Transmisní elektronová mikroskopie
XRD.....	Rentgenová difrakční analýza
$A_t$ .....	Plocha indentace
$D$ .....	Vnější průměr kaloty
$d$ .....	Vnitřní průměr kaloty
$h$ .....	Tloušťka povlaku
$HU_{pl}$ .....	Plastická tvrdost
$L_{max}$ .....	Maximální zkušební zatížení
$r$ .....	Poloměr brusné koule
$P$ .....	Výkon
$p(Ar)$ .....	Parciální tlak argonu
$p(N_2)$ .....	Parciální tlak dusíku
$S_a$ .....	Střední aritmetická odchylka
$T$ .....	Teplota
$x, y$ .....	Parametry pro výpočet tloušťky

## 6 Seznam obrázků

Obr. 1: Průmyslové využití PVD povlaků [41], [39] .....	11
Obr. 2: Přehled technologií PVD – převzato a upraveno z [31] .....	13
Obr. 3: Rotační držák na nástroje pro povlakování metodou PVD.....	14
Obr. 4: Výboj v atmosféře tvořené argonem a dusíkem.....	15
Obr. 5: Schéma uspořádání zařízení při depozici naprašováním .....	15
Obr. 6: Schéma planárního magnetronového naprašování (Anode – anoda, Cathode – katoda, Substrate – substrát, Grounded ring – uzemnění, Magnets – magnety) [16] .....	16
Obr. 7: Schéma katodového terče ve tvaru válce (Target – terč, Fixed magnets – nepohyblivé magnety, Rotating target – směr rotace terče, Plasma – plasma, Shield – krycí štít) [16] .....	16
Obr. 8: Řez válcovým magnetronem s vyobrazeným magnetickým polem; zeleně je zvýrazněn celý magnetron (vlevo), kruhové magnety (uprostřed), železné kroužky (vpravo) [42] .....	16
Obr. 9: Pohyb magnetického pole směrem dolů [42].....	17
Obr. 10: Schéma konstrukce AEGD; 1 – samostatná anoda, 2 – uzavírací štít, 3 – přívod plynu, 4 – katody, 5 – držák substrátu, 6 – substráty, 7 – vakuová komora, 8 – systém pro tvorbu vysokého vakua. [18] .....	17
Obr. 11: Porovnání povlaku s kolumnárním růstem (nahore) a povlaku bez kolumnárního růstu (dole) .....	18
Obr. 12: Porovnání bříty s neporušeným povlakem (nahore) a bříty s porušeným povlakem (dole) .....	18
Obr. 13: Schéma zařízení – kalotest [45] .....	19
Obr. 14: Vyznačení parametrů pro výpočet tloušťky povla ku [21] .....	19
Obr. 15: Výsledný obraz drsnosti povrchu získaný pomocí AFM.....	20
Obr. 16: Závislost Van der Waalsovy síly na vzdálenosti hrotu od povrchu vzorku (Repulsive Force – odpudivá síla, Attractive Force – přitažlivá síla, Intermittent Contact – střídání módů, Contact – kontaktní mód, Non Kontakt – nekontaktní mód, Distance – vzdálenost hrotu od vzorku) – převzato a upraveno z [43].....	20
Obr. 17: Rozdíl ve snímání oroseného povrchu vzorku kontaktním (vlevo) a nekontaktním (vpravo) módem pomocí AFM (1 – vzorek, 2 – kapka vody, 3 – snímek z kontaktního módu, 4 – snímek z nekontaktního módu [42].....	20
Obr. 18: Klasifikační tabulka fy Platit pro zkoušku adheze a koheze pomocí Daimler-Benz testu [44].....	21
Obr. 19: Detail poškození povlaku.....	22
Obr. 20: Poškození povlaku vzniklé při měření adheze metodou Scratch test .....	22
Obr. 21: Prohnutí molybdenového proužku při působení kladného a záporného vnitřního napětí .....	22
Obr. 22: Uchycení Mo pásku při depozici .....	22
Obr. 23: Závislost hloubky vtisku na velikosti zkušebního zatížení – převzato a upraveno z [27] .....	23
Obr. 24: Typy použitých vzorků: Vzorek z HSS (kolečko), vzorek z tvrdokovu (trojúhelník) a molybdenový pásek.....	26
Obr. 25: Povlakovací jednotka Pi411 PLUS firmy PLATIT [34].....	27
Obr. 26: Možné umístění katod v povlakovací jednotce Pi411 PLUS [34] .....	27

Obr. 27: Rastrovací Elektronový Mikroskop Tescan VEGA-II.....	27
Obr. 28: AFM značky Nanosurf Easyscan 2 .....	28
Obr. 29: Calotester CT50 .....	28
Obr. 30: Rockwellův tvrdoměr RADOM PW106.....	28
Obr. 31: Scratchtester .....	28
Obr. 32: Trinokulární Metalografický mikroskop MTM 408 [36] .....	29
Obr. 33: Alicona Infinite Focus [40] .....	29
Obr. 34: Nanotvrdoměr FISCHERSCOPE HM2000 .....	29
Obr. 35: Příprava vzorku pro pozorování struktury povlaku .....	30
Obr. 36: Graf závislosti vnitřního napětí na depozičním napětí.....	37
Obr. 37: Graf závislosti plastické tvrdosti ( $HU_{pl}$ ) na depozičním napětí .....	38

## 7 Seznam tabulek

Tab. 1: Porovnání metody PVD a CVD – převzato a upraveno z [12] .....	12
Tab. 2: Porovnání PVD metod napařování a naprašování – převzato a upraveno z [16] .....	14
Tab. 3: Struktura povlaku v závislosti na depozičním napětí a použité metodě depozice .....	30
Tab. 4: Tloušťka povlaku v závislosti na depozičním napětí a použité metodě depozice .....	31
Tab. 5: Doba depozice jednotlivých procesů .....	31
Tab. 6: Rychlost růstu povlaku v závislosti na depozičním napětí a použité metodě depozice.....	31
Tab. 7: Reliéf povrchu povlakovaného vzorku v závislosti na depozičním napětí a použité metodě depozice, parametry skenované oblasti: 65x65 $\mu\text{m}$ .....	32
Tab. 8: Interval výšky reliéfu oproti teoretické nulové ploše v závislosti na depozičním napětí a použité metodě depozice .....	32
Tab. 9: Střední aritmetická odchylka $S_a$ v závislosti na depozičním napětí a použité metodě depozice.....	33
Tab. 10: Porušení povlaku zkouškou adheze a koheze pomocí Daimler-Benz testu v závislosti na depozičním napětí a použité metodě depozice .....	34
Tab. 11: Síla, při které došlo k odloupenutí povlaku v závislosti na depozičním napětí a použité metodě depozice .....	35
Tab. 12: Porušení povlaku zkouškou adheze metodou Scratch test v závislosti na depozičním napětí a použité metodě depozice, zátěžná síla: 10–82 N .....	36
Tab. 14: Vnitřní napětí povlaku v závislosti na depozičním napětí a použité metodě depozice.....	37
Tab. 13: Plastická tvrdost povlaku ( $HU_{pl}$ ) v závislosti na depozičním napětí a použité metodě depozice.....	38